

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC

THÈSE PRÉSENTÉE À
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

COMME EXIGENCE PARTIELLE
DU DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE

PAR
AYISSI EYEBE GUY FRANÇOIS VALERY

CONCEPTION ET RÉALISATION DE CAPTEURS MICRO-ONDES SANS FIL PAR
LES TECHNOLOGIES D'IMPRESSION

AVRIL 2018

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES

DOCTORAT EN GÉNIE ÉLECTRIQUE (PH.D.)

Programme offert par l'Université du Québec à Trois-Rivières

CONCEPTION ET RÉALISATION DE CAPTEURS MICRO-ONDES SANS FIL PAR
LES TECHNOLOGIES D'IMPRESSION

PAR

AYISSI EYEBE GUY FRANÇOIS VALERY

Frédéric Domingue, directeur de recherche Université du Québec à Trois-Rivières

Daniel Massicotte, président du jury Université du Québec à Trois-Rivières

Naimi Boubekur, codirecteur de recherche C2T3, Cégep de Trois-Rivières

Jean-Claude Morrissette, évaluateur C2T3, Cégep de Trois-Rivières

Dominic Deslandes, évaluateur externe École de technologie supérieure de Montréal

Thèse soutenue le 25 janvier 2018

Résumé

Malgré le développement des techniques d'impression, la prolifération de matériaux sensibles et les avantages technologiques reconnus aux technologies sans fil, peu de résultats sur l'impression de capteurs micro-ondes ont jusqu'ici été recensés. Des défis persistent dans l'optimisation des procédés actuels et la proposition d'approches de détection innovantes. En combinant les technologies d'impression, des matériaux lignocellulosiques et des concepts de fonctionnalisation électromagnétique applicables aux lignes de transmission, ce travail de recherche contribue à l'émergence d'une nouvelle catégorie de capteurs sans fil au triple compromis du coût, de la performance et de la préservation de l'environnement.

Couvrant plusieurs champs de recherche, les résultats de cette thèse lui confèrent un caractère multidisciplinaire original : proposition et caractérisation de matériaux sensibles issus de la biomasse lignocellulosique (sous forme de gels, feuilles et encres), analyse de l'oxydation aTEMPO et de l'effet du PVOH pour l'amélioration de la performance de détection, identification de principes de détection micro-ondes selon une réponse en phase ou fréquentielle, identification et test d'approches concrètes pour l'implantation de capteurs imprimés dans les systèmes existants.

Selon une méthodologie rigoureuse et progressive, sept preuves de concepts ont été réalisées, dont trois par sérigraphie au terme d'une démarche la comparant aux autres techniques de développement actuelles : jet d'encre et jet d'aérosol. La sensibilité, la linéarité et la plage dynamique desdits circuits se démarquent nettement de la littérature, démontrant leur réel potentiel pour le transfert technologique. En particulier, un nouveau substrat biodégradable et hautement sensible pour la détection d'humidité a été proposé, étudié et testé aux fréquences micro-ondes. Le simple ajout d'une antenne en ferait le premier capteur imprimé quasiment biodégradable. Par ailleurs, des approches d'implémentation associant des antennes compatibles ou des signatures RFID aux circuits proposés ont été conçues, fabriquées et testées. À cet effet, une feuille de ETFE recyclable et thermosensible a été étudiée pour la détection de température. Des antennes multi-bandes aux fréquences IMS (434 MHz, 915 MHz et 2.45 GHz) ont également été proposées.

Remerciements

La présente thèse rejoint en droite ligne mes projets pour une façon de voir le monde et de le vivre autrement grâce à la technologie. L'infiltration de la technologie dans les milieux ruraux et à faible capacité énergétique reste une priorité à l'effet de réduire les clivages et d'assurer un minimum de confort au plus grand nombre. Des matériaux biodégradables universellement accessibles, des technologies de fabrication peu chères et l'expertise RF acquise à travers cette thèse forment peut-être les ingrédients nécessaires, une recette savamment dosée par l'Éternel et à point, macérée à l'aide de personnes et d'organismes qu'il me plaît ici de remercier :

L'université du Québec à Trois-Rivières pour l'opportunité de faire un doctorat.

Le département de génie électrique pour les ressources multiformes fournies.

Le CRSNG pour le soutien financier lors de mes études.

Frédéric Domingue pour son encadrement scientifique et personnel.

Benoît Bideau, David Myija et Éric Loranger pour leur collaboration, volet matériaux.

Naimi Boubekour pour sa codirection.

M. Eyebe Ayissi Henri et Mme pour leur amour depuis mon premier souffle sur terre.

Mireille Mombeya pour son omniprésence, son indéfectible soutien.

Y. Sama, M. Fall, M. Ndoeye, A. Heritiana, H. El-Matbouly, A. Ndjieguene, collègues.

Et toutes les personnes que je n'ai pas citées. Elles se reconnaîtront.

Tableau des matières

Résumé.....	iii
Remerciements.....	iv
Tableau des matières	v
Liste des Tableaux	xiii
Liste des figures	xv
Liste des symboles	xxv
1. Introduction.....	29
1.1 Positionnement technologique	29
1.2 Panorama de la détection micro-ondes avec les technologies d'impression	31
1.2.1 Vue générale du procédé.....	32
1.2.2 Matériaux sensibles.....	37
1.2.3 Approches de fonctionnalisation	38
1.3 Problématique.....	39
1.4 Positionnement et originalité.....	40
1.4.1 Fonctionnalisation à travers les technologies à lignes de transmission	41
1.4.2 Revalorisation de la biomasse lignocellulosique	42

1.4.3	Multidisciplinarité.....	43
1.5	Objectifs de la thèse	43
1.6	Méthodologie de la thèse.....	45
1.7	Organisation de la thèse	49
1.8	Contributions scientifiques de la thèse	50
1.9	Liste des publications	51
2.	Technologie CPW et approches de fonctionnalisation pour la détection environnementale.....	53
2.1	Théorie et composants à fentes en technologie CPW	54
2.1.1	Théorie des lignes CPW	54
2.1.2	Structure CPW pour l'étude des approches de fonctionnalisation 60	
2.2	Concepts de fonctionnalisation du résonateur CPW	65
2.2.1	Fonctionnalisation par feuille diélectrique sensible.....	66
2.2.2	Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible	69
2.2.3	Fonctionnalisation par encre sensible	71
2.2.4	Synthèse des approches de fonctionnalisation.....	72
2.3	Analyse des performances de capteurs en technologie CPW.....	73
2.3.1	Analyse des performances de détection.....	75
2.3.2	Analyse des performances micro-ondes	79

2.4 Conclusion du chapitre	82
3. Nouveaux matériaux biodégradables pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes	83
3.1 Développement de matériaux hydrophiles à base de nano-cellulose ..	84
3.1.1 Identification et préparation des matériaux à base de nano- cellulose	84
3.1.2 Oxydation aTEMPO et caractère hydrophile des matériaux sensibles	86
3.1.3 Utilisation des nouveaux matériaux sensibles pour la détection d'humidité	88
3.2 Préparation et caractérisation de gels de NCTO et de PTMO.....	89
3.2.1 Préparation et caractérisation physique de gels de NCTO et de PTMO	89
3.2.2 Caractérisation micro-ondes des gels de NCTO et de PTMO ..	92
3.2.3 Caractérisation des gels de NCTO et PTMO sous humidité variable.....	96
3.2.4 Conclusion partielle	100
3.3 Préparation et caractérisation de feuilles à base de NCTO et NCTO/PVOH	100
3.3.1 Préparation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH.....	101
3.3.2 Caractérisation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH ...	102

3.3.3	Conclusion partielle	108
3.4	Préparation et caractérisation de feuilles à base de PTMO	108
3.4.1	Préparation des feuilles de PTM et PTMO	109
3.4.2	Caractérisation des feuilles de PTM-II, PTMO-I et PTMO-II	111
3.5	Préparation et sensibilité du polymère NCTO-PPy	115
3.5.1	Préparation des feuilles NCTO/PPy	115
3.5.2	Polypyrrole et détection d'humidité	116
3.6	Conclusion du chapitre	117
4.	Fonctionnalisation de composants CPW à l'aide de matériaux diélectriques biodégradables	119
4.1	Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible à l'humidité	120
4.1.1	Principe de détection par gel sensible sur résonateur CPWG	120
4.1.2	Conception et réalisation du capteur d'humidité	121
4.1.3	Partie expérimentale et résultats de détection	126
4.1.4	Conclusion partielle	138
4.2	Fonctionnalisation par feuilles sensibles de NCTO et NCTO/PVOH	138
4.2.1	Principe de détection par substrat sensible sur résonateur CPW	139

4.2.2	Conception et réalisation du capteur d'humidité	140
4.2.3	Partie expérimentale et résultats des tests	143
4.2.4	Conclusion partielle	152
4.3	Fonctionnalisation par feuille sensible de PTMO	153
4.3.1	Structure micro-ondes	153
4.3.2	Principe de détection	154
4.3.3	Conception et réalisation du capteur	155
4.3.4	Partie expérimentale et résultats	160
4.4	Comparaison	164
4.5	Conclusion du chapitre	166
5.	Transposition des concepts de fonctionnalisation en impression	168
5.1	Appropriation des technologies d'impression	169
5.1.1	Les défis liés à l'impression	169
5.1.2	Historique d'appropriation	173
5.1.3	Procédé typique dans la thèse	180
5.2	Capteur d'humidité imprimé par substrat sensible	182
5.2.1	Détection par impression directe sur substrat sensible	182
5.2.2	Conception et réalisation du capteur	185
5.2.3	Résultats expérimentaux	190

5.2.4	Conclusion partielle	192
5.3	Nouveau substrat biodégradable pour la détection d'humidité	192
5.3.1	Imprimabilité des feuilles à base de NCTO et PTMO	193
5.3.2	Conception et réalisation du capteur	199
5.3.3	Partie expérimentale et résultats	202
5.3.4	Comparaison	203
5.4	Capteur d'humidité par conductivité électrique du NCTO/PPy	204
5.4.1	Principe de détection	205
5.4.2	Matériau sensible	206
5.4.3	Conception et réalisation du capteur	206
5.4.4	Partie expérimentale et résultats	216
5.4.5	Comparaison	218
5.5	Conclusion du chapitre	219
6.	Concepts d'intégration RFID et sans fil	221
6.1	La thématique générale d'intégration	222
6.1.1	Intégration fonctionnelle	223
6.1.2	Intégration sans fil	224
6.2	Tags RFID par structure multi-résonante CPW	225
6.2.1	Résonateurs CPW et signature fréquentielle	225

6.2.2	Antenne CPW pour l'intégration sans fil.....	230
6.2.3	Intégration sans fil et identification RFID	235
6.2.4	Conclusion partielle	241
6.3	Capteur RFID à base d'une structure multi-résonante	242
6.3.1	Principe et réalisation du multi-résonateur	242
6.3.2	Présentation du matériau sensible et caractérisation.....	247
6.3.3	Réalisation et test du capteur identifiable	249
6.3.4	Conclusion partielle	254
6.4	Autres travaux d'intégration.....	254
6.4.1	Antenne double bande ISM [114].....	255
6.4.2	Antenne triple-bande ISM [109].....	260
6.5	Conclusion du chapitre	265
7.	Conclusion	266
7.1	Principaux résultats	267
7.2	Recommandations	269
	Références.....	271
	Annexe A – Affiches scientifiques dans le cadre de la thèse.....	279
	Annexe B – Techniques de frittage de matériaux micro-ondes	cclxxxiii
	Annexe C – Stencil fabriqué pour l'impression.....	cclxxxiv

Annexe D – Caractérisation de l’ETFE	cclxxxv
--	---------

Liste des Tableaux

Tableau 1-1 : Paramètres des techniques d'impression	34
Tableau 1-2 : Paramètres des techniques frittage.....	36
Tableau 2-1 : Paramètres des substrats 4003C et 5880 Duroid de Rogers	69
Table 2-2 : Synthèse des schémas de principes, des approches de fonctionnalisation et de mesure	74
Tableau 3-1 : Matériaux diélectriques sensibles à base de cellulose aTEMPO oxydée	92
Tableau 3-2 : Dimensions des résonateurs SIW pour la caractérisation	94
Tableau 3-3 : Résultats de la caractérisation physique des échantillons.....	103
Tableau 3-4 : Quantités des réactifs pour l'oxydation de la PTM	109
Tableau 3-5 : Caractéristiques physiques des échantillons de PTM.....	111
Tableau 4-1 : Dosages des solutions pour générer l'humidité sur la plage 11 – 90 %RH	126
Tableau 4-2 : Variation de la fréquence de résonance avec les gels sensibles	133
Tableau 4-3 : Tableau d'analyse de la performance du CPWG avec NCTO et NCTO/PVOH en gels sensibles	136
Tableau 4-4 : Tableau comparatif des performances des feuilles sensibles avec la littérature.....	137
Tableau 4-5 : Décalages fréquentiels après ajout de feuilles sensibles sur le résonateur	143
Tableau 4-6 : Variation de la fréquence de résonance avec les feuilles sensibles.....	145
Tableau 4-7 : Variation de la phase de S21 avec l'humidité pour les feuilles sensibles.....	148
Tableau 4-8 : Paramètres micro-ondes des capteurs CPW avec des feuilles de NCTO	152
Tableau 4-9 : Décalages fréquentiels après ajout des films sensibles.....	159

Tableau 4-10 : Variation de la fréquence de résonance avec les feuilles sensibles.....	161
Tableau 4-11 : Comparatif des performances des feuilles sensibles avec la littérature	163
Tableau 4-12 : Comparatif des performances des feuilles sensibles en fréquence avec la littérature	165
Tableau 4-13 : Comparatif des performances des feuilles sensibles en phase avec la littérature	165
Tableau 5-1 : Paramètres obtenus avec les méthodes d'impression expérimentées	180
Tableau 5-2 : Propriétés diélectriques du Kapton pour la simulation.....	187
Tableau 5-3 : Récapitulatif de l'inspection visuelle et mécanique	194
Tableau 5-4 : Tests d'adhésion des substrats après inspection visuelle.....	197
Tableau 5-5 : Comparatif des capteurs micro-ondes d'humidité à substrats sensibles.....	204
Tableau 5-6 : Comparatif des capteurs d'humidité par déphasage	219
Tableau 6-1 : Paramètres simulés de l'antenne CPW	227
Tableau 6-2 : Propriétés des substrats pour l'émulation de la variation d'humidité	239
Tableau 6-3 : Dimensions géométriques des résonateurs du multi-capteur	244
Tableau 6-4 : Structures micro-ondes pour la détection de température	253
Table 6-5 : Performances de l'antenne triple-band ISM mesuré	263

Liste des figures

Figure 1-1 : Positionnement technologique de la recherche	29
Figure 1-2: Synoptique des procédés d'impression	32
Figure 1-3 : Structure intégrée d'un capteur sans fil.....	41
Figure 2-1 : Géométrie d'une ligne CPW	55
Figure 2-2 : Ligne CPW avec feuille diélectrique	56
Figure 2-3 : Ligne CPWG.....	57
Figure 2-4 : Géométrie du résonateur à fentes	60
Figure 2-5 : Résonateur CPW (a) structure micro-ondes et (b) réponse en réflexion.....	61
Figure 2-6 : Modèle électrique RF équivalent du résonateur.....	62
Figure 2-7 : Valeurs optimisées pour la modélisation du résonateur CPW	63
Figure 2-8 : Validation du modèle électrique RF équivalent.....	63
Figure 2-9 : Distribution EM en fonction de la fréquence (a) à 5.3 GHz et (b) à 10.3 GHz	64
Figure 2-10 : Approches de fonctionnalisation avec le résonateur CPW	65
Figure 2-11 : Implémentation du principe de substrat sensible	67
Figure 2-12 : Modélisation électrique de fonctionnalisation par substrat sensible	67
Figure 2-13 : Implémentation du principe de feuille sensible	68
Figure 2-14 : Modélisation électrique de fonctionnalisation par feuille sensible	68
Figure 2-15 : Implémentation du principe de gel sensible.....	70
Figure 2-16 : Modélisation électrique de la fonctionnalisation par gel sensible	70
Figure 2-17 : Implémentation du principe d'encre sensible	71

Figure 2-18 : Modélisation électrique de la fonctionnalisation d'encre sensible	71
Figure 2-19 : Paramètres de calcul de la figure de mérite en fréquence	80
Figure 2-20 : Paramètres de calcul de la figure de mérite en phase	81
Figure 3-1 : Étapes de fabrication des matériaux lignocellulosiques et de composites sensibles à partir du bois	85
Figure 3-2 : Motif dimérique de la cellulose, le cellobiose	87
Figure 3-3 : Procédé d'oxydation aTEMPO de la cellulose	87
Figure 3-4 : Étapes de préparation du gel de NCTO	90
Figure 3-5 : Étapes de préparation du gel de PTMO	91
Figure 3-6 : Géométrie et dimensions du résonateur SIW pour la caractérisation (a) en l'absence de champ EM et (b) en présence de champ EM	93
Figure 3-7 : Circuits de caractérisation des matériaux en fonction de l'humidité (a) NCTO, (b) PTMO et (c) PTMO-II.	95
Figure 3-8 : Variation de la fréquence de résonance après ajout du matériau NCTO	95
Figure 3-9 : Fréquence de résonance après ajout des matériaux PTMO-I et PTMO-II	95
Figure 3-10 : Photo du banc de test d'humidité	97
Figure 3-11 : Synoptique du banc de test d'humidité	97
Figure 3-12 : Évolution de l'humidité durant le test	98
Figure 3-13 : Variation de la permittivité de NCTO avec l'humidité	99
Figure 3-14 : Variation de la permittivité de PTMO-I et PTMO-II avec l'humidité	99
Figure 3-15 : Préparation des feuilles de NCTO et NCTO/PVOH	101
Figure 3-16 : Images des échantillons au MEB (a) vue de dessus NCTO3 ; (b) vue de dessus du NCTO/PVOH-3 ; (c) vue transversale du NCTO3 et (d) vue transversale du NCTO/PVOH-3	104
Figure 3-17 : Spectrogrammes infra rouge du NCTO, NCTO/PVO et PVOH106	

Figure 3-18 : Graphe de l'analyse thermogravimétrique du NCTO, du PVOH et des composites NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3	107
Figure 3-19 : Étapes de préparation de la feuille de PTMO	109
Figure 3-20 : Films de PTM et de PTMO après fabrication	110
Figure 3-21 : Images des échantillons au MEB de la TMP, TMPO-I et TMPO-II	112
Figure 3-22 : Spectrogramme infra rouge (a) PTM ; (b) PTMO-I ; (c) PTMO-II	113
Figure 3-23 : Analyse thermogravimétrique des feuilles de PTM, PTMO-I et PTMO-II	114
Figure 3-24 : Procédé de fabrication du NCTO/PPy	116
Figure 4-1 : Dessin du résonateur CPWG (a) sans matériau sensible et (b) avec matériau sensible.	121
Figure 4-2 : Dimensions du résonateur CPWG	122
Figure 4-3 : Distribution des champs EM (a) à la résonance et (b) à 5 GHz... ..	123
Figure 4-4 : Photographie du capteur CPWG (a) vu de dessus et (b) vu d'en-dessous.....	123
Figure 4-5 : Paramètres S_{11} et S_{21} du CPWG mesurés après fabrication.....	124
Figure 4-6 : Photo du résonateur CPWG (a) sans NCTO et (b) avec NCTO ..	125
Figure 4-7 : Paramètres S_{11} et S_{21} avec et sans matériau sensible	125
Figure 4-8 : Banc de test d'humidité avec des solutions salines saturées (a) photographie ; (b) schéma de principe	128
Figure 4-9 : Réponses du gel NCTO à l'humidité (a) S_{11} en module; (b) S_{21} en phase.....	129
Figure 4-10 : Réponse fréquentielle en humidité du résonateur CPWG avec le gel NCTO	130
Figure 4-11 : Réponse à l'humidité du résonateur CPWG en phase avec le gel NCTO en phase	130
Figure 4-12 : Réponse du gel NCTO/PVOH à l'humidité (a) en module de S_{11} et (b) en phase de S_{21}	131

Figure 4-13 : Réponse fréquentielle en humidité du résonateur CPWG avec le gel NCTO/PVOH	132
Figure 4-14 : Réponse à l'humidité du résonateur CPWG en phase avec le gel NCTO/PVOH en phase	132
Figure 4-16 : Variation relative de la sensibilité du capteur avec NCTO et NCTO/PVOH	134
Figure 4-17 : Variation des paramètres S_{21} du résonateur CPWG avec l'humidité (a) avec le NCTO; (b) avec le NCTO/PVOH	135
Figure 4-18 : Variation des facteurs de mérite des capteurs CPWG à base de NCTO et NCTO/PVOH (a) en fréquence ; (b) en phase	135
Figure 4-19 : Résonateur CPW pour la détection (a) sans feuille sensible; (b) avec feuille sensible	139
Figure 4-20 : Dimensions du résonateur CNF pour les feuilles à base de NCTO	141
Figure 4-21 : Photo des résonateurs CPW fabriqués	141
Figure 4-22 : Paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur aux conditions ambiantes	142
Figure 4-23 : Collage du substrat sensible sur le résonateur CPW	143
Figure 4-24 : Courbe de variation de l'humidité lors des tests	144
Figure 4-25 : Variation de la fréquence de résonance avec l'humidité pour les feuilles NCTO1, NCTO2 et NCTO3	145
Figure 4-26 : Variation de la fréquence de résonance avec l'humidité pour les feuilles NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2, NCTO/PVOH-3	145
Figure 4-27 : Variation de la phase de S_{21} avec l'humidité pour les feuilles NCTO1, NCTO2 et NCTO3	148
Figure 4-28 : Variation de la phase de S_{21} l'humidité pour les feuilles NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3	148
Figure 4-29 : Module de S_{11} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH	149
Figure 4-30 : Paramètre μ et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH	149
Figure 4-31 : Module de S_{21} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH	150

Figure 4-32 : Paramètre $F\phi$ et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH	150
Figure 4-33 : Variation fréquentielle relative des feuilles de NCTO et NCTO/PVOH	151
Figure 4-34 : Variante de résonance série pour la détection avec PTMO	154
Figure 4-35 : Réponse en fréquence du résonateur série	154
Figure 4-36 : Structure résonante série en technologie CPW pour la détection (a) sans matériau sensible et (b) après dépôt de matériau sensible	155
Figure 4-37 : Dimensions du résonateur série	156
Figure 4-38 : Distribution des champs EM du filtre (a) à la résonance et (b) à 4.8 GHz.	156
Figure 4-39 : Photo du résonateur série fabriqué	158
Figure 4-40 : Paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur	158
Figure 4-41 : Filtres fabriqués recouverts de (a) PTM, (b) PTMO-I et (c) PTMO-II.....	158
Figure 4-42 : Paramètres S du résonateur série avec PTM, PTMO -I et PTMO-II	159
Figure 4-43 : Variation de la résonance avec l'humidité pour PTM, PTMO-I et PTMO-II.....	161
Figure 4-44 : Variation de la phase de S_{21} avec l'humidité pour PTM, PTMO-I et PTMO-II.....	161
Figure 4-45 : Module de S_{21} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH.....	163
Figure 4-46 : Module de S_{21} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH	163
Figure 5-1 : Circuits imprimés par kit Novacentrix (a) un résonateur ; (b) une ligne CPW	172
Figure 5-2 : Kit PCB pour la calibration TRL	172
Figure 5-3 : Impression par kit Novacentrix (a) résonateur ; (b) ligne CPW ..	174
Figure 5-4 : Validation de la calibration TRL (a) avec S_{11} et (b) avec S_{21} ...	174

Figure 5-5 : Résonateur imprimé par jet d'aérosol par Optomec AJ300	175
Figure 5-6 : Paramètres S du résonateur imprimé par jet d'aérosol (a) S_{11} et (b) S_{21}	177
Figure 5-7 : (a) circuit choisi dans le stencil pour la sérigraphie ; (b) circuit imprimé	178
Figure 5-8 : Paramètres S du résonateur imprimé par sérigraphie (a) S_{11} et (b) S_{21}	178
Figure 5-9 : Étapes d'impression d'un circuit imprimé par sérigraphie	181
Figure 5-10 : Ligne CPW imprimée	183
Figure 5-11 : Variation de Z_0 pour différentes configurations avec Kapton...	184
Figure 5-12 : Dimensions du résonateur CPW imprimé sur Kapton	186
Figure 5-13 : Variation de la fréquence de résonance en simulation.....	187
Figure 5-14 : Variation de la phase de S_{21} à 10.125 GHz	187
Figure 5-15 : Procédé de fabrication du résonateur imprimé sur Kapton.....	188
Figure 5-16 : Capteur d'humidité fabriqué sur Kapton	189
Figure 5-17 : Simulation et mesure de la fréquence de résonance aux conditions ambiantes.....	189
Figure 5-18 : Simulation et mesure de la phase de S_{21} aux conditions ambiantes.....	189
Figure 5-19 : Paramètres de test à humidité variable.....	191
Figure 5-20 : Variation de la fréquence de résonance du capteur en humidité	191
Figure 5-21 : Feuilles de NCTO à l'inspection (a) NCTO-0.5%, 1%; (b) NCTO1-3; et (c) NCTO/PVOH-1, 2, 3	193
Figure 5-22 : Feuilles de PTM, PTMO-1 et PTMO-2.	193
Figure 5-23 : Stencil pour les tests d'imprimabilité des feuilles.....	196
Figure 5-24 : Tests d'imprimabilité sur les substrats (a) CNF 0.5%, CNF 1%, PVOH et CNF/PVOH-1 ; (b) NCTO2, NCTO3, NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et (c) PTMO-I.....	196
Figure 5-25 : Impression sur la feuille de NCTO/PVOH-2	197

Figure 5-26 : Feuilles de NCTO/PVOH-2 au calendre pour aplanissement....	198
Figure 5-27 : Évolution de la qualité d'impression (a) feuilles aplanies; (b) à dosage d'encre et de positionnement requis et (c) à impression réussie au mieux.	199
Figure 5-28 : Procédé de fabrication du capteur imprimé sur NCTO/PVOH-2	200
Figure 5-29 : Capteur imprimé sur NCTO/PVOH-2	200
Figure 5-30 : Module S_{11} pour le résonateur imprimé sur NCTO/PVOH-2 ..	201
Figure 5-31 : Module S_{21} pour le résonateur imprimé sur NCTO/PVOH-2 ..	201
Figure 5-32 : Variation de S_{11} du NCTO avec l'humidité	203
Figure 5-33 : Réponse en fréquence du NCTO avec l'humidité.....	203
Figure 5-34 : Structure résonante en technologie CPWG pour la détection (a) sans matériau sensible et (b) après dépôt de matériau sensible.	205
Figure 5-35 : Structure polymérique du NCTO/PPy	206
Figure 5-36 : Schéma de simulation sur EMPro	207
Figure 5-37 : Module simulé du paramètre S_{11} avec encre sensible	208
Figure 5-38 : Impédance d'entrée simulée Z_{in} du résonateur avec encre sensible	208
Figure 5-39 : Phase simulée du paramètre S_{21} avec encre sensible.....	209
Figure 5-40 : Simulation de variation des paramètres du capteur avec l'épaisseur (a) module de S_{11} ; (b) module de S_{21} ; (c) Phase de S_{21} et (d) impédance d'entrée Z_{in}	210
Figure 5-41 : Simulation de variation des paramètres du capteur avec la conductivité (a) module de S_{11} ; (b) module de S_{21} ; (c) Phase de S_{21} et (d) impédance d'entrée Z_{in}	211
Figure 5-42 : Dimensions du résonateur imprimé sur Novele	212
Figure 5-43 : Procédé de fabrication du capteur imprimé à base de NCTO/PPy.....	213
Figure 5-44 : Paramètres S du résonateur après impression sur Novele.....	213

Figure 5-45 : Phase du résonateur après impression sur Novele	214
Figure 5-46 : Capteur de température imprimé.....	214
Figure 5-47 : Profil du capteur de température mesuré au microscope	215
Figure 5-48 : Effet de l'intégration de NCTO/PPy sur les paramètres du résonateur (a) S_{21} en module ; (b) S_{11} en module ; (c) S_{21} en phase et (d) en impédance d'entrée.	216
Figure 5-49 : Variation de la phase en fonction de la température	217
Figure 5-50 : Variation de l'impédance en fonction de la température	217
Figure 5-51 : Figure de mérite de la phase en fonction de la température.....	218
Figure 6-1 : Illustration des problématiques d'intégration.....	222
Figure 6-2 : Illustration de l'intégration multifonctionnelle	223
Figure 6-3 : Illustration des capteurs sans fil (a) par encre sensible; (b) par substrat sensible.....	224
Figure 6-4 : Illustration de la signature fréquentielle.....	226
Figure 6-5 : Illustration de l'attribution d'une référence	228
Figure 6-6 : Tag fabriqué (a) tout seul ; (b) avec des connecteurs.....	229
Figure 6-7 : comparaison entre la mesure et la simulation pour le tag 2	229
Figure 6-8 : Mesure de tags 12 GHz fabriqués	229
Figure 6-9 : Géométrie de l'antenne CPW (a) dimensions et (b) sur ADS	231
Figure 6-10 : Simulation du paramètre S_{11} de l'antenne CPW	232
Figure 6-11 : Analyse EM de l'antenne (a) 11.15 GHz et (b) 1.758 GHz.....	232
Figure 6-12 : Orientation des axes pour la mesure du patron de rayonnement	233
Figure 6-13 : Patrons de rayonnement de l'antenne CPW à 11.56 GHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan x-y.....	233
Figure 6-14 : Antenne CPW fabriquée	234
Figure 6-15 : Mesure et simulation de l'antenne CPW.....	234

Figure 6-16 : Dessin des tags sur ADS avant fabrication (a) tag 1 ; (b) tag 2 et (c) tag 3	236
Figure 6-17 : Simulation ADS de l'ensemble résonateur + antenne	236
Figure 6-18 : Résultats des simulations ADS pour les tags	237
Figure 6-19 : Antenne, résonateur et tag fabriqués	238
Figure 6-20 : Dispositif de tests de tags RFID	238
Figure 6-21 : Mesure avec les tags fabriqués	238
Figure 6-22 : Géométrie du tag RFID pour l'émulation	240
Figure 6-23 : Tags gravés sur les substrats de différentes permittivités	240
Figure 6-24 : Variation de fréquence du tag avec la permittivité relative du substrat	241
Figure 6-25 : Schéma de principe du résonateur	243
Figure 6-26 : Intégration fonctionnelle du multi-résonateur en (a) pour RFID en (b)	243
Figure 6-27 : Dimensions du résonateur	244
Figure 6-28 : Multi-résonateur fabriqué	245
Figure 6-29 : Simulation des paramètres S_{11} et S_{21} du multi-résonateur	245
Figure 6-30 : Mesure des tags RFID avec la structure multi résonante	246
Figure 6-31 : Formule chimique de ETFE	248
Figure 6-32 : Variation de la permittivité du Fluon avec la température	249
Figure 6-33 : Réalisation du capteur de température	250
Figure 6-34 : Banc de test de température (a) synoptique ; (b) montage	251
Figure 6-35 : Variation de température au cours du test	251
Figure 6-36 : Variation du paramètre S_{11} en module avec la température mesurée	252
Figure 6-37 : Variation de la phase de S_{21} avec la température	252
Figure 6-38 : Géométrie de l'antenne double bande 434/915 MHz	256

Figure 6-39 : Distribution du champ EM pour l'antenne double-bande à 434 MHz.....	257
Figure 6-40 : Distribution du champ EM pour l'antenne double-bande à 915 MHz.....	257
Figure 6-41 : Antenne double bande ISM fabriquée.....	258
Figure 6-42 : Paramètres S_{11} simulé et mesuré pour l'antenne double bande ISM.....	258
Figure 6-43 : Orientation des axes pour la mesure des patrons de rayonnement	259
Figure 6-44 : Patrons de rayonnement de l'antenne double bande à 433.3 MHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan z-y.....	259
Figure 6-45 : Patrons de rayonnement de l'antenne double bande à 916.6 MHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan z-y.....	259
Figure 6-46 : Géométrie de l'antenne triple-bande ISM.....	260
Figure 6-47 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 434 MHz.....	261
Figure 6-48 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 915 MHz.....	261
Figure 6-49 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 2.45 GHz	261
Figure 6-50 : Photographie de l'antenne triple-bande fabriquée	262
Figure 6-51 : Paramètres S_{11} simulé et mesuré de l'antenne triple-band	263
Figure 6-52 : Orientation des axes lors de la mesure des patrons de rayonnement	264
Figure 6-53 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 436.4 MHz.....	264
Figure 6-54 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 916 MHz.....	264
Figure 6-55 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 2.45 GHz	264

Liste des symboles

Sigles

ADS	:	Advanced Design Systems
AFM	:	Microscope à force atomique
aTEMPO	:	Procédé 4-acetamido-2,2,6,6-Tetramethyl-piperidin-1-oxyl
C2T3	:	Centre collégial de transfert en technologies de télécommunications
CPW	:	Guide d’ondes coplanaires
CPWG	:	Guide d’ondes coplanaires avec masse
CRML	:	Centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques de l’UQTR
ELC	:	Electric-field-coupled
EM	:	Électromagnétique
ETFE	:	Éthylène tétrafluoroéthylène
FTIR	:	Transformée de Fourier inverse
GC	:	Département de génie chimique de l’UQTR
GÉGI	:	Département de génie électrique et de génie informatique de l’UQTR
I.L	:	Pertes d’insertion
IRH	:	Institut de recherche sur l’hydrogène
ISM	:	Bandes gratuites Industrielles-Scientifiques-Médicales
LMST	:	Laboratoire de microélectronique et de télécommunications
MEB	:	Microscope électronique à balayage
NCTO	:	Nano-fibres de cellulose aTEMPO oxydée
NFC	:	Nano-fibres de cellulose
PCB	:	Printed Circuit Board

PET	:	Polyéthylène téréphtalate
PPy	:	Poly-pyrrole
PTM	:	Pâte thermomécanique
PTMO	:	Pâte thermomécanique a TEMPO oxydée
PVOH	:	Alcool polyvinylique
RF	:	Radiofréquences
RFID	:	Identification radiofréquence
SER	:	Surface équivalente radar
SIR	:	Résonateur à impédance incrémentale
SIW	:	Guide d'onde intégré au substrat
SMA	:	SubMiniature version A
TEM	:	Mode électromagnétique transverse
TGA	:	Analyse thermogravimétrique
TRL	:	Through – Reflect – Line
UQTR	:	Université du Québec à Trois-Rivières
VNA	:	Analyseur de réseaux

Unités

°C : Degré celsius

° : Degré

Hz : Hertz

%RH : Humidité relative

m : Mètre

1. Introduction

1.1 Positionnement technologique

Grâce à un prototypage rapide, un potentiel de production de masse et une efficacité démontrée à la valorisation de divers matériaux pour la détection, les technologies d'impression représentent une solution attractive et peu coûteuse pour l'implémentation des fonctions de détection environnementale. Comme l'illustre la Figure 1-1, la présente thèse se trouve à la jonction de trois tendances technologiques actuellement développées dans la recherche universitaire et dans l'industrie : les techniques d'impression, les circuits micro-ondes et le développement de matériaux sensibles. Les quatre (4) zones délimitées par l'intersection desdites zones permettent d'en expliquer le positionnement technologique.

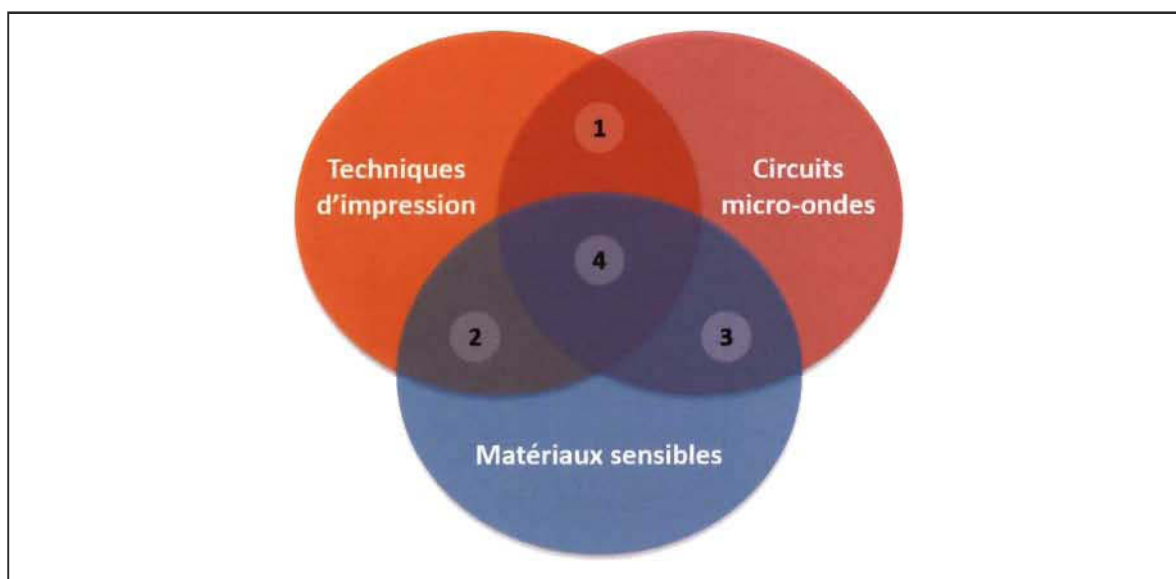


Figure 1-1 : Positionnement technologique de la recherche

- Zone 1 : Circuits micro-ondes imprimés

À la jonction des techniques d'impression et des circuits micro-ondes se trouvent les circuits micro-ondes imprimés. À cet effet, plusieurs fonctions micro-ondes ont fait l'objet d'études dont la profondeur et la maturité varient d'une application à l'autre. La fonction de filtrage a été étudiée à travers un filtre opérant à 17 GHz imprimé sur Kapton [1]. Des antennes imprimées pour des applications d'électronique portable, biomédicales ou de détection environnementale ont été proposées [2-4]. La détection environnementale englobe dans ce cas, la détection de la présence ou de la variation de grandeurs physiques accessibles dans l'environnement immédiat du circuit. L'humidité, la température, la pression ou les gaz en sont quelques exemples. Les tags par identification radiofréquences (ci-après désigné "RFID") représentent quant à eux l'application la plus développée et l'une des rares actuellement commercialisées [5-7].

- Zone 2 : Développement de matériaux pour l'impression

Des efforts de recherche se concentrent aussi sur le développement de matériaux dits sensibles, permettant de détecter les variations de paramètres environnementaux à l'aide des technologies d'impression. Cela inclut, d'une part, des feuilles sensibles par leurs propriétés diélectriques, thermiques ou mécaniques et, d'autre part, des encres possédant des propriétés physiques et chimiques indiquées. L'intégration des capacités de détection se fait grâce à l'une de ces deux (2) catégories, dont l'interaction avec le paramètre environnemental ciblé provoque une modification comportementale du circuit [8-10]. Les feuilles sont soit utilisées comme substrat pour l'impression du circuit, ou alors déposées sur les circuits micro-ondes. Les encres peuvent, pour leur part, être homogènes ou composites.

- Zone 3 : Capteurs micro-ondes

Plusieurs technologies ont été étudiées pour la réalisation de capteurs. Les technologies micro-ondes ont su s'affirmer comme une solution adaptée à la conception de capteurs passifs de haute performance [14-17]. Elles ont démontré un potentiel d'intégration attractif avec des solutions de transmission sans fil ou RFID, ainsi qu'une capacité d'opération passive avec des systèmes sans puce. Aussi bien des technologies planaires que 3D ont été proposées [11-13]. Le LMST a notamment été pionnier dans l'utilisation de la technologie des guides d'ondes intégrés au substrat pour la réalisation des fonctions d'identification et de détection.

- Zone 4 : Capteurs micro-ondes imprimés

À la jonction des trois tendances susmentionnées se trouvent les capteurs micro-ondes imprimés, qui constituent le positionnement technologique de cette thèse. C'est un créneau qui reste à explorer au triple plan des matériaux, des concepts de fonctionnalisation et des techniques de fabrication pour l'émergence d'une génération de capteurs environnementaux.

1.2 Panorama de la détection micro-ondes avec les technologies d'impression

Afin de mieux comprendre la question de recherche, il est nécessaire de faire un état de l'art des technologies actuellement utilisées pour la réalisation des capteurs micro-ondes imprimés. La maîtrise du procédé d'impression s'avère essentielle dans cette démarche. Au-delà de la précision sur les différentes étapes de fabrication, elle révèle les matériaux utilisés et facilite la compréhension des approches de fonctionnalisation, c'est-à-dire des mécanismes conférant aux circuits micro-ondes des capacités de détection environnementale.

1.2.1 Vue générale du procédé

La Figure 1-2 montre le synoptique d'un procédé d'impression. Il consiste en un transfert d'un masque sur une feuille, à travers un dépôt d'encre. Il fait intervenir les éléments suivants : l'encre, le substrat, l'imprimante et l'appareil de frittage. Allant de circuits simples à des réalisations plus complexes telles que les circuits multicouches, l'impression se fait par une séquence de deux (2) étapes élémentaires : le transfert de masque et le frittage [14].

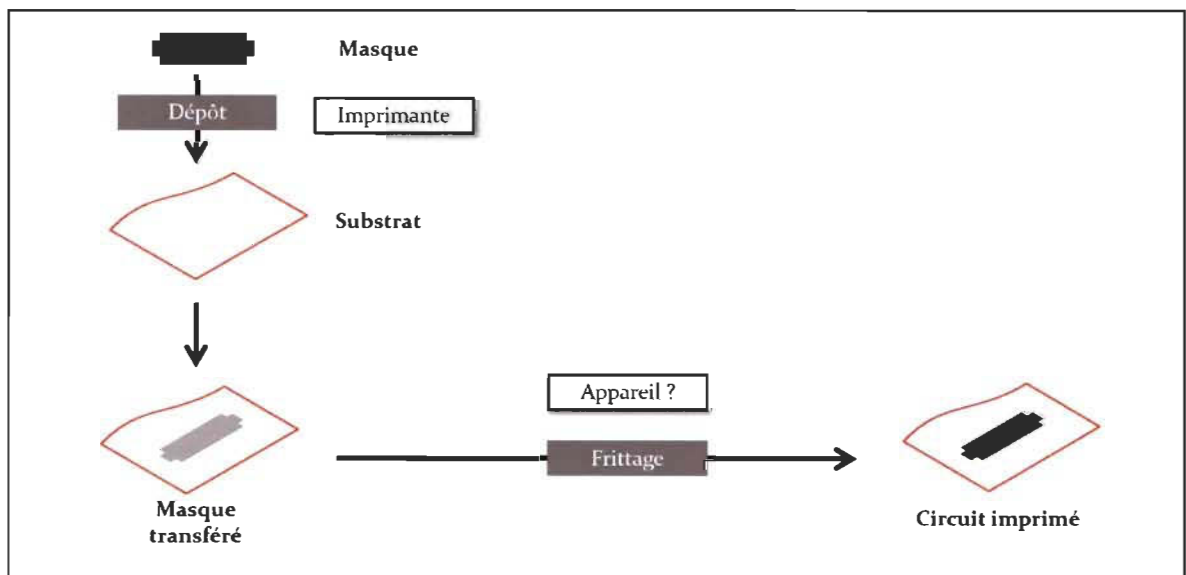


Figure 1-2: Synoptique des procédés d'impression

1.2.1.1 Matériaux d'impression

Trois (3) des quatre (4) métaux les plus conducteurs de la classification périodique sont utilisés pour la formulation d'encres conductrices : l'or, l'argent, le cuivre. Sur le marché, l'argent reste toutefois le matériau le plus utilisé en raison de sa conductivité la plus élevée, du coût élevé de l'or et de la problématique d'oxydation du cuivre. Hormis ces matériaux

ditions "brutes", la composition des encres inclut d'autres substances qui en déterminent les propriétés et contribuent à la qualité d'impression : pigments, solvants, résines et additifs. Le rôle de ces différents éléments est très largement développé dans la littérature [15]. La qualité d'impression dépend de plusieurs paramètres dont les propriétés mécaniques et de surface du substrat, la composition de l'encre et la méthode de transfert [16]. Une encre n'adhère par exemple qu'à un substrat dont l'énergie de surface est supérieure à sa tension de surface [17]. Des substrats céramiques et de verre ont été utilisés pour l'impression avec succès, idem pour des papiers photos, journaux ou bureautiques [18]. Cette thèse s'intéresse à l'impression sur feuilles polymères, dont les faibles constantes diélectriques favorisent la propagation du champ EM et dont la flexibilité mécanique constitue un indéniable atout. Parmi les substrats utilisés dans cette catégorie se trouvent le polyéthylène téréphtalate (PET), le polyéthylène naphthalate (PEN), le polypropylène (PP) et le polystyrène (PS) [19-22].

1.2.1.2 Techniques d'impression

Aussi bien en recherche qu'en industrie, une panoplie non négligeable de techniques d'impression émerge [23]. Certaines procèdent par écriture directe et d'autres par transfert de masque négatif. Les technologies R2R (de l'anglais *Roll-to-Roll*) sont principalement utilisées pour l'impression de masse, de par leur capacité à imprimer simultanément sur de larges surfaces. Parmi ces technologies se trouvent la flexographie, la gravure et l'offset [23]. Par ailleurs, des techniques de prototypage rapide telles que l'impression par jet d'encre, l'impression par jet d'aérosol et l'impression par sérigraphie ont également été proposées. Le Tableau 1-1 inspiré des références [18, 24] montre un bref résumé de ces technologies du point de vue de l'épaisseur déposée, de la viscosité et de la résolution.

Tableau 1-1 : Paramètres des techniques d'impression

Technique	Résolution (μm)	Épaisseur déposable (μm)	Viscosité (cP)
Jet d'encre	20	0.3 – 20	10
Sérigraphie	50	3 – 100	1000 – 10000
Aérosol	5	0.1 – 20	5 – 1000

La technologie à jet d'encre est largement répandue pour la réalisation de capteurs et des circuits radiofréquences (ci-après désignés "RF") en général, avantageée par son accessibilité, et les similarités du procédé avec les pratiques de bureautique quotidiennes. La référence [25] aborde en détails cette technologie : modes d'impression, matériaux utilisés, imprimabilité etc. L'impression par jet d'aérosol surmonte certaines limitations inhérentes à l'impression par jet d'encre avec notamment (i) un potentiel de miniaturisation d'une résolution maximale de 5 μm au lieu de 20 μm et (ii) l'acceptabilité d'encres ayant jusqu'à une viscosité de 1 000 cP, ce qui élargit grandement la gamme de matériaux imprimables et celle des applications réalisables. Puisqu'il s'agit d'une technologie d'écriture directe, la principale limitation de l'impression par jet d'aérosol est le temps de fabrication. Compte tenu de sa résolution de l'ordre du μm et des dimensions des circuits à imprimer qui sont de l'ordre du cm, la fabrication d'un prototype peut aller au-delà de 30 minutes. De plus, l'épaisseur imprimable est extrêmement faible, de l'ordre de 0.3 μm . De son côté, l'impression par sérigraphie est capable de déposer des couches relativement épaisses, ce qui constitue un énorme atout pour les applications de détections micro-ondes. De l'ordre de quelques microns minimum (typiquement 7-10 μm), elle couvre les épaisseurs de peau des principaux métaux utilisés

pour l'impression. À titre d'exemple, l'épaisseur de peau de l'argent à 1 GHz et pour une conductivité de $0.1 \cdot \sigma_{Ag}$ est $\delta = 0.2 \mu\text{m}$. Elle est de $0.568 \mu\text{m}$ pour une conductivité de $0.8 \cdot \sigma_{Ag}$. La sérigraphie a cependant une faible résolution et n'accepte que des encres de fortes viscosités.

À l'analyse des sections précédentes, les technologies d'impression sont adaptées à différentes finalités. La technique d'impression par jet d'encre est la plus accessible et la plus indiquée pour un prototypage rapide. L'impression par jet d'aérosol possède les plus fines résolutions et la meilleure flexibilité du point de vue des matériaux imprimables. Pour sa part, la sérigraphie permet de déposer des épaisseurs suffisamment épaisses pour limiter les pertes aux fréquences micro-ondes.

1.2.1.3 Techniques de frittage

Le rôle du frittage consiste à chauffer l'encre déposée afin d'éliminer les substances rajoutées et de n'en conserver que la partie utile. Les deux (2) principales techniques de frittage utilisées sont : le frittage thermique et le frittage photonique. Le premier consiste à chauffer l'encre imprimée dans une enceinte adiabatique pendant une durée suffisante. Il est souvent réalisé à l'aide d'un four, même commercial. Le temps de frittage est habituellement élevé, pouvant atteindre 3h afin de restaurer des résistivités de l'ordre de $3.12 \cdot \rho_{Ag}$ [26]. Par ailleurs, des recherches ont démontré que cette technique est d'autant plus efficace que la température de frittage est élevée [27]. Son application est donc limitée par la tolérance du substrat à la température. Pour sa part, le frittage photonique procède par exposition de l'encre déposée à un faisceau lumineux de longueur d'onde variant de 190 à 1500 nm [28-

31]. Son principal avantage est qu'il est non destructif pour le substrat. L'exposition au faisceau dure juste un laps de temps, offrant tout de même une bonne flexibilité afin d'ajuster la conductivité finale par l'intensité et la durée de l'impulsion.

En dehors du frittage thermique et du frittage photonique, plusieurs autres techniques de frittage ont été proposées. Si elles permettent le frittage d'encre avec différents appareils, elles restent cependant limitées en efficacité et pour certaines, difficilement généralisables. À des fins de recension, le Tableau 1-2 montre quelques-unes de ces techniques. Ultimement, le séchage à l'air libre reste une option. De récents travaux ont par ailleurs mis en évidence la synthèse d'encres de type ROM (de l'anglais *Reactive Organometallic*) atteignant une résistivité de $2.55 \cdot \sigma_{Ag}$ sans besoin de frittage [32].

Tableau 1-2 : Paramètres des techniques frittage

Technique	Temps de frittage	Température de frittage (°C)	Conductivité du film (%)	Substrats	Réf.
Thermique	1h	125	35	PET	
RF	30 s	-	20 – 34	PEN	[31]
Électrique	3 ms	-	58.7	Papier photo	[27]
Séchage	10 h	25	35	Novele™	[33]
Photonique	5 ms	-	25.6	PET	[30]
Infra-rouge	20 s	-	10 – 20	Papier	[34]
Laser	2 ms	-	33.6	Plastique	[35]

1.2.2 Matériaux sensibles

Les fonctions de détection peuvent être intégrées à l'aide d'une feuille ou d'une encre sensible. Les défis de fonctionnalisation consistent alors à trouver des approches transcrivant cette sensibilité en variation des paramètres micro-ondes. Des encres sensibles ont été formulées selon trois (3) principales catégories : les encres conductrices, les encres à semi-conducteurs et les encres à diélectriques. Dans la catégorie des encres conductrices, les matériaux actifs sont soit des matériaux homogènes, des polymères conducteurs, ou des composites. Ils couvrent la détection d'humidité, de température et de gaz. Le *graphene* par exemple a été utilisé pour la détection de température et de gaz [36, 37]. Le PEDOT-PSS a principalement été étudié pour la détection d'humidité [38], tout comme le polyaniline (PANI) [39, 40] et les fils nanométriques de silicium [41]. Dans la catégorie des encres à matériaux semi-conducteurs se retrouvent les encres à nanotubes de carbone [42] utilisées pour la détection de gaz, dont l'hydrogène. Des encres diélectriques au Barium Strontium Titanate (BST) par exemple ont également été proposées [43].

Par ailleurs, des feuilles diélectriques sensibles de Kapton et d'alcool polyvinylique (ou PVOH de l'anglais *PolyVinyl Alcohol*) ont été étudiées. La sensibilité du Kapton provient des mécanismes d'hydrolyse donnant lieu à une variation linéaire de sa permittivité relative avec l'humidité [44]. Le PVOH doit son caractère hydrophile à la présence de groupements OH primaires, dont la polarité attire les molécules d'eau [45]. Sa sensibilité diélectrique en fonction de la fréquence a été validée sur la plage 0.2 – 20 GHz [46]. Les deux matériaux ont été comparés à la référence [45], démontrant que la sensibilité du PVOH est supérieure à celle du Kapton. Dans les mêmes conditions, la sensibilité du Kapton était au mieux de 0.63

MHz/%RH, contre 2.38 MHz/%RH pour le PVOH. Par contre, en raison de sa faible énergie de surface, il n'est pratiquement pas possible d'imprimer sur PVOH.

1.2.3 Approches de fonctionnalisation

Deux technologies sans fil sont principalement utilisées dans la littérature des capteurs micro-ondes imprimés : la technologie RFID et la technologie radar, plus précisément la SER (surface équivalente radar). La variation des paramètres diélectriques des substrats sensibles produit une variation d'impédance caractéristique, mesurable à travers une variation de la fréquence de résonance. La variation de la conductivité des encres sensibles produit un changement d'impédance de la structure micro-ondes, mesurable à travers une variation de puissance. Dans la première catégorie, des résultats ont ainsi été obtenus avec des capteurs RFID passifs [47], à réponse fréquentielle [48], et à variation de puissance [49, 50]. S'appuyant sur un substrat sensible, le tag de la référence [47] utilise un couplage capacitif entre une puce, des éléments de détection et des éléments radiatifs. Sa sensibilité relativement faible de 0.20 MHz/%RH sur la plage 11 – 97 %RH peut se justifier par un découplage EM progressif le long de la plage dynamique d'humidité entre la puce et le reste du circuit. La technologie RFID a également été utilisée pour la détection d'humidité par variation fréquentielle avec un tag sans puce imprimé sur un papier PEL sensible. Le capteur est formé par couplage d'une structure capacitive à transducteurs interdigitaux (ci-après désignés "IDT" de l'anglais *Interdigitated transducer*) avec une ligne inductive. Conçu pour la mesure sur des emballages alimentaires, il opère par induction EM à la fréquence de 13.56 MHz. Sa sensibilité est de 0.37 MHz/%RH sur la plage 20 – 70 %RH.

La technologie radar SER mesure la puissance émise par le capteur pour effectuer la détection [51]. Le taux d'humidité relative est calculé par variation de la puissance émise par le tag. Grâce aux propriétés des encres sensibles, cette technologie est attractive dans le contexte d'impression, où il est possible de transcrire le changement de la conductivité issue de la variation du paramètre environnemental en une variation de puissance. Cette approche est particulièrement sensible avec des résonateurs à haut facteur de qualité (Q). Directement lié à la conductivité de l'encre, Q diminue cependant tout au long de la plage dynamique.

1.3 Problématique

L'énorme potentiel des technologies d'impression démontré au panorama de la section 1.2 reste très faiblement exploité pour la réalisation de capteurs micro-ondes passifs, associant les fonctions de détection, d'identification et de transmission sans fil. Pour y parvenir, la revue de la littérature laisse transparaître un défi, une faiblesse et une opportunité.

Le défi vient des pertes inhérentes aux technologies d'impression. D'une part, avec la présence d'additifs aidant à la qualité d'impression, la résistivité des couches imprimées est supérieure à celle du matériau brut correspondant. D'autre part, l'épaisseur des couches imprimées est habituellement faible et inférieure aux épaisseurs de peau des principaux métaux utilisés pour la détection. Les pertes ainsi générées limitent le facteur de qualité et augmentent les pertes en transmission. Le lien entre ces pertes et les performances ayant été établi [52-55], les pertes inhérentes aux technologies d'impression constituent un défi à l'effet d'améliorer la performance des capteurs, ou de proposer des approches de fonctionnalisation originales et efficaces dans le contexte d'impression.

La faiblesse est relative à l'intensité des recherches sur l'intégration des capteurs micro-ondes imprimés. La plupart des matériaux sensibles proposés réagissent avec plusieurs paramètres environnementaux et présentent une mauvaise sélectivité. Très peu de travaux portant sur des multi-capteurs offrant une détection sélective de plusieurs paramètres environnementaux ont été proposés. La réalisation des capteurs sans fil par ajout d'antennes imprimées reste limitée par les défis de *matching* d'impédance sur les plages dynamiques. Enfin, l'intégration RFID en technologie SER nécessite habituellement un deuxième circuit spécialement dédié à l'identification. La thématique d'intégration reste donc à améliorer.

L'opportunité à saisir est reliée à la préservation de l'environnement. L'impression est l'une des techniques de fabrication dont le budget énergétique et la consommation de produits chimiques restent considérablement réduits. Le développement de techniques telles que le frittage photonique utilisant moins d'énergie et de polluants s'intensifie. L'utilisation du papier comme substrat est un pas important. L'intégration de matériaux biodégradables reste un enjeu essentiel afin de pousser dans une direction plus écologique, avec de capteurs verts.

1.4 Positionnement et originalité

Pour répondre à la problématique formulée, ce travail de recherche ambitionne de contribuer à l'exploitation du plein potentiel des technologies d'impression pour l'émergence d'une nouvelle catégorie de capteurs micro-ondes sans fil imprimés, destinés à la détection environnementale. Trois (3) spécificités le singularisent : la fonctionnalisation par les technologies à lignes de transmission, l'intégration d'une dimension écologique par l'incorporation de matériaux biodégradables et la multidisciplinarité.

1.4.1 Fonctionnalisation à travers les technologies à lignes de transmission

Contrairement aux technologies radar ou de couplage inductif actuellement offertes, les lignes de transmission permettent l'exploitation originale de mécanismes de propagation pour la détection, et sont intégrables dans des chaînes RF. Dans le contexte d'impression, la mise à contribution des lignes de transmission est originale à plusieurs niveaux, tel qu'illustré à la Figure 1-3. Tout d'abord, les lignes de transmission se caractérisent par une bidirectionnalité de propagation de l'onde EM, permettant d'implémenter la détection aussi bien en réflexion qu'en transmission. Elles offrent par ailleurs la potentialité de cascader plusieurs circuits pour effectuer une intégration multifonctionnelle, chaque circuit réalisant une fonction différente. De plus, l'intégration sans fil se fait simplement en connectant les composants à lignes de transmission à 1 ou 2 antennes à l'aide de technologies compatibles. Les technologies à lignes de transmission permettent ainsi une approche modulaire séparant la fonction détection (le capteur) de la communication sans fil (l'antenne), et offrant la possibilité d'optimiser les deux composantes séparément.

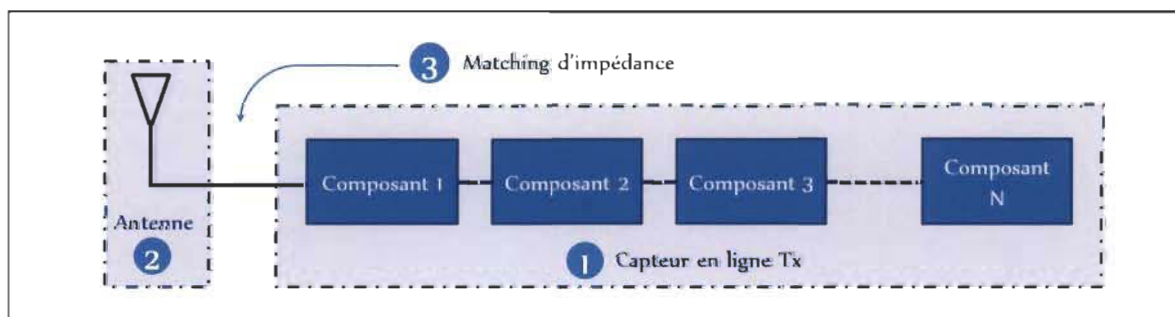


Figure 1-3 : Structure intégrée d'un capteur sans fil

Il faut souligner que l'une des particularités de la fonctionnalisation par les lignes de transmission est l'unicité d'énergie. La réalisation des fonctions de détection ou

d'identification se fait grâce à l'énergie EM, de même que la communication sans fil. L'énergie EM captée par le circuit parvient directement au circuit pour la réalisation des fonctions de détection ou RFID. Les transducteurs requis pour des principes chimiques, électromécaniques ou autres sont alors superflus. L'intégration s'effectue alors à l'aide d'un couplage simple et des transitions appropriées lorsque plusieurs technologies à lignes de transmission sont utilisées.

1.4.2 Revalorisation de la biomasse lignocellulosique

En grande difficulté face au virage écologique, l'industrie papetière cherche de nouveaux débouchés pour sa relance, notamment à travers la revalorisation de la cellulose et de ses dérivés. De récentes techniques ont récemment démontré la capacité de renforcer le caractère hydrophile de la cellulose par simple oxydation [56]. Cette thèse exploite ce contexte, ses avantages, et s'applique à démontrer les possibilités de leur revalorisation dans le domaine de la détection environnementale, à travers des technologies micro-ondes typiquement passives. Les approches proposées concernent des matériaux sensibles à base de cellulose, aussi bien à travers des mécanismes de nature diélectrique que des mécanismes de nature électrique. Elles s'intègrent au travers des étapes de fabrication actuellement maîtrisées, ce qui révèle une autre dimension pertinente de cette recherche : le potentiel de fabricabilité des solutions proposées à travers les chaînes de valeur actuelles de la cellulose. D'après ce qui précède, la réunion des technologies d'impression et des produits de la cellulose pour la détection offre ainsi une excellente opportunité de recherche dans le domaine micro-ondes, dans le but de proposer une nouvelle catégorie de capteurs au meilleur compromis du coût, de la performance et de la préservation de l'environnement.

1.4.3 Multidisciplinarité

Cette thèse fait appel à des connaissances micro-ondes qui rejoignent notre champ d'expertise. Elles font aussi appel à des connaissances en chimie. Ne possédant pas cette expertise, nous avons initié une collaboration avec des chercheurs du département de génie chimique de l'UQTR (ci-après désigné "GC"), dont la contribution à la préparation, l'analyse et la caractérisation de matériaux sensibles se sont avérées essentielles à l'accomplissement de ce projet de thèse. Parmi les contributions décisives, citons l'aide au choix des matériaux sensibles, l'efficacité des approches d'intégration, et l'analyse des performances de détection mesurées. En tant que jeune chercheur, une telle démarche revêt sa part d'originalité.

1.5 Objectifs de la thèse

Cette thèse poursuit quatre (4) objectifs principaux développés ci-dessous :

(i) Développement de capteurs imprimés à base de technologies à lignes de transmission

L'intégration des technologies à lignes de transmission avec des techniques d'impression constituerait une première étape vers la réalisation de chaînes RF totalement imprimées, et destinées à la détection sans fil. Cet objectif se subdivise en plusieurs étapes, constituant chacune un défi : identification du circuit à imprimer en tenant compte de sa capacité d'usinage, de fonctionnalisation et d'intégration ; analyse théorique, simulation et modélisation du circuit identifié ; proposition et validation de mécanismes innovants pour l'implémentation des fonctions de détection ; appropriation des techniques d'impression, réalisation du capteur et tests à humidité variable.

(ii) Valorisation de matériaux biodégradables à base de cellulose pour la détection :

La cellulose est une fibre naturelle qui intervient dans l'industrie papetière. Dans cette thèse, elle sera valorisée pour démontrer l'intégration de composants écologiques dans la nouvelle génération de capteurs micro-ondes. Sa fonctionnalisation au moyen d'un procédé simple appelé "aTEMPO" augmente son caractère hydrophile, mais démontre aussi son potentiel d'intégration dans les processus industriels actuels. Avec la collaboration des chercheurs du GC, l'un des objectifs de cette thèse consiste à identifier des matériaux de nature diélectrique ou conductrice à base de cellulose, dont l'insertion dans les circuits préalablement étudiés contribuera à la revalorisation de la cellulose pour la détection d'humidité, et plus largement celle des matériaux biodégradables pour la détection environnementale.

(iii) Identification préliminaire des déterminants technologiques de la performance:

Étant donné le nombre restreint des technologies d'impression explorées pour la détection environnementale aux fréquences micro-ondes (principalement l'impression par jet d'encre), l'un des objectifs de ce travail est d'élargir cette palette aux techniques de jet d'aérosol et de sérigraphie afin d'une part, de nous approprier leur utilisation pour la réalisation de capteurs imprimés et, d'autre part, de déterminer si l'une des techniques est plus convenable que les autres pour cette application. Par ailleurs, une analyse paramétrique sur l'influence des quantités et des étapes de préparation des matériaux biodégradables sur leurs performances de détection sera effectuée. Elle couvrira la quantité des réactifs et du degré d'oxydation pour d'une part démontrer son potentiel en recherche et, d'autre part, de dégager les critères utiles pouvant orienter l'industrie vers la production de matériaux cellulosiques sensibles de qualité, adaptés à la détection environnementale.

(iv) Identification et validation de concepts d'intégration applicables :

Comme première étape de réalisation, les objectifs précédents seront validés à l'aide d'un circuit imprimé, pris isolément. Par la suite, il est essentiel d'identifier des approches d'implémentation offrant des solutions concrètes d'utilisation de ces circuits avec les technologies d'impression. L'intégration d'une antenne en fait partie. L'un des objectifs de cette thèse sera ainsi de montrer des voies d'intégration des capteurs proposés. Au-delà de l'intégration sans fil, des pistes d'intégration RFID et multi-capteurs seront abordées, pour démontrer le réel potentiel des solutions imprimées proposées.

1.6 Méthodologie de la thèse

Pour atteindre les objectifs de cette recherche, la méthodologie adoptée se décline dans les étapes suivantes :

(1) Choix technologique

Le choix technologique consistait à identifier la technologie à lignes de transmission la mieux adaptée à la réalisation des objectifs de cette thèse. La technologie des guides d'ondes coplanaires ci-après désignée "CPW" (de l'anglais *Coplanar Waveguide*) se démarquant sur le plan de la fabrication et des performances avec technologies d'impression a été choisie. Sa configuration planaire assure la propagation du signal EM, tout en limitant les pertes. Sa planéité simplifie les procédés d'impression, et convient parfaitement à la majorité des substrats commerciaux, imprimables juste sur une face. De plus, des circuits de détection, d'antennes et d'identification ont été réalisés avec cette technologie. Ils peuvent être interconnectés entre eux et avec d'autres technologies de transmission, moyennant les transitions appropriées [57, 58].

(2) Conception du circuit micro-ondes et proposition des approches de fonctionnalisation

L'intégration de fentes est l'une des options qui offrent une grande flexibilité dans la conception de circuits en technologie CPW (résonateurs, filtres, déphaseurs, etc.) [59]. Dans cette phase, il s'agissait d'identifier une structure à la fois adaptée aux technologies d'impression, à la fonctionnalisation pour la détection environnementale et à une opération passive. L'étude détaillée couvrant la théorie, la modélisation, la simulation et la mesure expérimentale a été effectuée. La même démarche a été appliquée aux concepts de fonctionnalisation. D'après la typologie des matériaux d'impression, les concepts suivants ont été élaborés : (i) la sensibilité d'un substrat au principe que sa permittivité relative modifierait la permittivité effective du circuit en fonction du paramètre environnemental ciblé ; (ii) la sensibilité de conducteurs imprimés au principe qu'une variation de conductivité peut être transformée en une variation de puissance ou en un déphasage, et (iii) la sensibilité des gels diélectriques au principe qu'une variation de nature diélectrique a un effet sur le comportement micro-ondes du circuit. Au passage, l'analyse théorique de chaque concept a été effectuée, et des simulations réalisées avec l'objectif d'une modélisation rigoureuse des phénomènes de détection.

(3) Identification et caractérisation des matériaux sensibles

Une fois la conception et les analyses terminées, l'étape suivante était de trouver des matériaux sensibles réalisant la détection environnementale. Répondant aux critères de conception et d'analyse, ils devaient être autant que possible transposables aux technologies d'impression. L'humidité a été utilisée comme principale mesurande en raison de la simplicité de la réalisation des preuves de concept. Les matériaux ont été choisis hydrophiles,

et biodégradables, renforçant la dimension environnementale de la thèse, et mettant en exergue des pistes de revalorisation de biomasse lignocellulosique. Ils ont été caractérisés selon leurs propriétés physiques, leur morphologie et leurs propriétés diélectriques, dans le but de comprendre les mécanismes d'interaction avec l'humidité. Les procédés de transformation aussi bien par oxydation et polymérisation qui confèrent ou renforcent le caractère hydrophile de la cellulose ont également été analysés.

(4) Validation intermédiaire sur PCB

Autant que possible, les principes de détection ont fait l'objet d'une validation intermédiaire sur PCB, avant la fabrication par des techniques d'impression. Avec des épaisseurs beaucoup élevées qu'en impression, et la pleine conductivité du cuivre, les PCB possèdent moins de pertes. L'intérêt de cette démarche était de s'assurer du fonctionnement optimal du circuit avec peu de pertes, avant sa transposition aux techniques d'impression. Les matériaux concernés sont les feuilles et les gels diélectriques sensibles. La sensibilité des feuilles pouvant servir de substrats pour l'impression a été validée au cours de cette étape. L'influence de paramètres de préparation des matériaux sensibles pour comprendre, évaluer et améliorer leur performance a également été étudiée. Cette étude couvrait l'effet de la proportion de matériau cellulosique brut, de la quantité de réactifs d'oxydation, et celui de la proportion de matériau composite rajoutée afin d'améliorer la sensibilité à l'humidité (PVOH par exemple).

(5) Appropriation des techniques d'impression et transposition des principes de détection

L'appropriation des technologies d'impression a permis de se familiariser aux techniques d'impression et de frittage adaptées à la réalisation de capteurs micro-ondes. À l'issue de cette exploration, un procédé typique a été adopté, et les circuits imprimés ont été réalisés. Les concepts de substrat sensible et d'encre sensible spécifiques aux technologies d'impression ont alors été étudiés. La proposition d'un nouveau substrat à base de matériaux biodégradables identifiés a été faite. Leur sensibilité environnementale a été testée afin de valider par l'expérience les concepts de fonctionnalisation proposés aux étapes suivantes et les matériaux sensibles identifiés.

(6) Intégration RFID et intégration sans fil

La dernière étape consistait à intégrer la fonction de transmission sans fil aux capteurs proposés, de même que la fonction d'identification RFID. La fonction RFID a été étudiée par une variation de la géométrie du circuit proposé. La mise en cascade de deux circuits a permis de combiner la fonction de détection et la fonction d'identification à l'intérieur du même circuit. La preuve de concept ici a été réalisée avec un substrat thermosensible, pour élargir l'application des concepts à d'autres applications de la détection environnementale. Des antennes CPW ont par la suite été conçues, et raccordées aux circuits proposés pour en faire des tags sans fil. Une étude de la fonctionnalisation de ces tags selon le concept de substrats sensible s'est faite par émulation, utilisant des substrats de différentes permittivités pour créer les conditions de variation environnementale.

1.7 Organisation de la thèse

Cette thèse est organisée en sept (7) chapitres, dont une introduction et une conclusion. La présente introduction, à titre de chapitre 1, dévoile la motivation et les objectifs de cette recherche. La méthodologie qui en découle fixe dans les grandes lignes l'agencement des chapitres subséquents. Le chapitre 2 traite du point de vue théorique de la structure micro-ondes choisie et destinée à l'exploration des techniques d'impression, à la démonstration des concepts de fonctionnalisation et à la validation des principes d'intégration. Le chapitre 3 se concentre sur les matériaux biodégradables à base de cellulose, introduits à la communauté micro-ondes pour la détection d'humidité. Leur fabrication est y schématiquement présentée, de même que les résultats de leur caractérisation physique et micro-ondes, permettant de comprendre leurs mécanismes d'interaction avec l'humidité. Quant au chapitre 4, il intègre les structures micro-ondes et les matériaux identifiés pour la réalisation de capteurs d'humidité. La sensibilité des matériaux et les concepts de fonctionnalisation y sont validés. Par ailleurs, des paramètres destinés à l'industrie des matériaux sensibles pour la réalisation des capteurs de haute performance sont présentés. Le chapitre 5 traite de la transposition des concepts de fonctionnalisation aux technologies d'impression, à l'aide de matériaux biodégradables de nature électrique ou diélectrique. De nouveaux substrats à base matériaux biodégradables y sont pour la première fois étudiés. Par la suite, le chapitre 6 présente les concepts d'intégration explorés dans le cadre de cette thèse : détection de température dans l'optique de conception d'un multi-capteur, intégration RFID et intégration sans fil.

1.8 Contributions scientifiques de la thèse

Sans être exhaustif, voici quelques contributions scientifiques apportées par cette thèse :

- Étude théorique, simulation, analyse et validation des approches de fonctionnalisation en réflexion et transmission applicables aux circuits alliant technologie CPW et fentes ;
- Identification et caractérisation de matériaux biodégradables à base de cellulose pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes, sous forme de gels diélectriques, de feuilles diélectriques et de conducteurs composites ;
- Réalisation de preuves de concept en technologie PCB pour la détection d'humidité par intégration de gels et des feuilles à base de matériaux biodégradables à des composants CPW en réflexion et en transmission ;
- Réalisation des preuves de concepts originales pour la détection d'humidité avec des circuits CPW imprimés, fonctionnalisés à l'aide de substrats sensibles et d'encres ;
- Étude paramétrique analysant l'effet des proportions des matériaux sensibles et de l'étape d'oxydation sur les performances des capteurs d'humidité utilisant des gels et des feuilles à base de matériaux lignocellulosiques ;
- Introduction d'un substrat biodégradable, imprimable et hautement sensible à l'humidité pour la réalisation de capteurs d'humidité capacitifs et RF imprimés ;
- Conception, analyse et validation d'une structure multi-résonante pour l'intégration fonctionnelle de composants en technologie CPW, incluant des tags RFID, des capteurs identifiables et potentiellement des multi-capteurs résonants ;
- Preuve de concept d'un capteur de température identifiable RFID 2.4 GHz avec une feuille thermosensible d'ETFE recyclable ;

- Réalisation d'antennes multi-bandes pour les capteurs sans fil : antenne dual-band ISM (434/915 MHz) et tri-band ISM (434/915/2450MHz) ;
- Analyse par émulation de la fonctionnalisation d'un tag sans fil imprimé sur substrat sensible pour la détection d'humidité.

1.9 Liste des publications

Articles de revue

1. **G. Ayissi Eyebe** et al., Environmentally-friendly cellulose nanofibre sheets for humidity sensing in microwave frequencies. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2017. 245: p. 484-492.
2. **G. Ayissi Eyebe**, B. Bideau, N. Boubekour, E. Loranger and F. Domingue, CPWG-Based Humidity Sensor with TEMPO Oxidized Cellulose Nanofibers as Sensitive Dielectric, in *European Advanced Materials Congress*. 2017: Sweden.

Articles de conférences

1. **G. Ayissi Eyebe**, A. Benleulmi, N. Boubekour, and F. Domingue, "Low Profile Triband ISM Antenna," presented at the International Conference on Applied Electromagnetics and Communications, Dubrovnik, 2016.
2. H. El Matbouly, **G. Ayissi Eyebe**, and F. Domingue, "Modeling and characterization of a substrate integrated chip-less RFID tag communication system," in *Applied Electromagnetics and Communications (ICECom), 2013 21st International Conference on*, 2013, pp. 1-4.
3. **G. Ayissi Eyebe**, H. El-Matbouly, and F. Domingue, "Dual-Band Dipole Antenna for Sensing Applications in ISM Bands," *SENSORDEVICES 2013, The Fourth International Conference on Sensor Device Technologies and Applications*, 2013, pp. 71-74.

Affiches scientifiques

1. **G. Ayissi Eyebe**, N. Boubekour, and F. Domingue, "Capteur sans fil imprimé pour la détection environnementale," ed. Concours d'affiches UQTR, 2016
2. **G. Ayissi Eyebe**, N. Boubekour, and F. Domingue, "Capteurs micro-ondes par impression directe de nanoparticules sur substrats sensibles," ed. Concours d'affiches UQTR, 2015
3. **G. Ayissi Eyebe**, N. Boubekour, and F. Domingue, "Antennes multi-band pour l'intégration des capteurs sans fil," ed. Concours d'affiches UQTR, 2013

2. Technologie CPW et approches de fonctionnalisation pour la détection environnementale

La réalisation de capteurs environnementaux répondant aux standards industriels requiert une approche rigoureuse et intégrée [60]. Dans cette démarche, l'arrimage des systèmes de détection aux performances visées et tenant compte des techniques de fabrication accessibles est garanti par des choix technologiques adaptés. Telles que présentées à la section 1.4.1, les technologies à lignes de transmission possèdent un énorme potentiel pour la réalisation de capteurs environnementaux à travers les technologies d'impression. En particulier, la technologie CPW permet l'étude de mécanismes de fonctionnalisation applicables aux ondes EM, tout en offrant une planéité singulièrement adaptée au marché des substrats imprimables sur une face. L'historique de conception à travers cette technologie a mis en évidence une grande flexibilité dans la réalisation des composants micro-ondes et l'implémentation de concepts de fonctionnalisation variés, s'appuyant sur des matériaux aux propriétés différentes. Ce chapitre traite de la technologie CPW sous l'angle de la théorie électromagnétique (section 2.1), de l'identification et de la fonctionnalisation des composants micro-ondes destinés à la réalisation de capteurs dans cette thèse (section 2.2), et des critères d'analyse de la performance des capteurs (section 2.3).

2.1	Théorie et composants à fentes en technologie CPW	54
2.1.1	Théorie des lignes CPW	54
2.1.2	Structure CPW pour l'étude des approches de fonctionnalisation.....	60
2.2	Concepts de fonctionnalisation du résonateur CPW	65
2.2.1	Fonctionnalisation par feuille diélectrique sensible	66
2.2.2	Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible	69
2.2.3	Fonctionnalisation par encre sensible	71
2.2.4	Synthèse des approches de fonctionnalisation	72
2.3	Analyse des performances de capteurs en technologie CPW	73
2.3.1	Analyse des performances de détection	75
2.3.2	Analyse des performances micro-ondes.....	79
2.4	Conclusion du chapitre	82

2.1 Théorie et composants à fentes en technologie CPW

Cette section aborde la théorie des lignes de transmission en technologie CPW. De prime abord, La géométrie des lignes CPW est expliquée, de même que l'effet de la conductivité électrique et celle des régions diélectriques avoisinantes. Par la suite, la structure de base de cette thèse est présentée, analysée et modélisée, en vue d'en ressortir les approches de fonctionnalisation.

2.1.1 Théorie des lignes CPW

2.1.1.1 Géométrie et paramètres diélectriques d'une ligne CPW

Partant de la stratification classique d'un substrat PCB commercial faite d'une couche diélectrique d'épaisseur (h) surmontée d'une couche conductrice d'épaisseur (t), une ligne CPW est construite en creusant dans le conducteur deux fentes parallèles de largeur (s) et espacées d'une distance (W). La structure coplanaire finale est ainsi formée de trois traces : une trace centrale de largeur (W) et deux (2) traces latérales de largeur (G) à une distance (s) de part et d'autre de la trace centrale (Figure 2-1). La propagation des ondes EM à travers les lignes CPW est assurée par la polarisation de la trace centrale relativement aux traces latérales portées à la masse. Ces lignes peuvent potentiellement propager des modes propres aux lignes micro-ruban ou aux lignes à fentes [61]. Pour restreindre la propagation au mode TEM quasi-statique propre aux lignes CPW, la largeur du plan de masse (G) doit être d'au moins 2.5 à 3 fois plus grande que celle de la ligne centrale, et le substrat doit être suffisamment épais par rapport au gap ($h \gg s$).

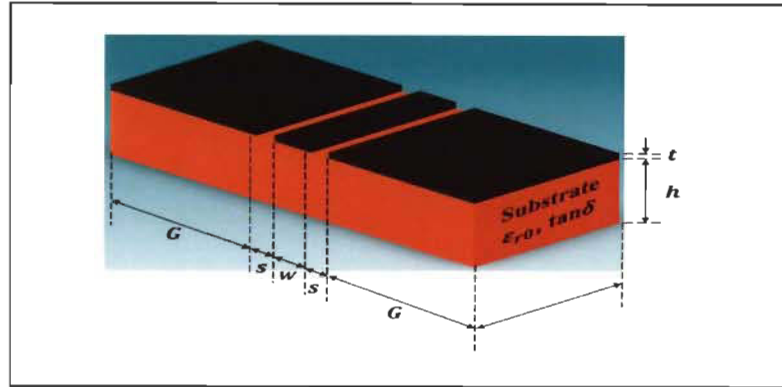


Figure 2-1 : Géométrie d'une ligne CPW

Plusieurs approches de modélisation EM ont été proposées pour l'analyse des circuits en technologie en CPW. La théorie de la cartographie conforme [62] procède par subdivision de l'espace en régions diélectriques. Dans cette approche, toute région diélectrique parcourue par le champ EM est associée à une capacité. La capacité équivalente totale est formée de la superposition des différentes capacités individuelles, pondérées d'un facteur de remplissage partiel traduisant l'influence de la géométrie de ligne. Les paramètres diélectriques de la ligne CPW tels que sa permittivité effective ou son impédance caractéristique sont déterminés par la capacité équivalente totale. Le formalisme ainsi construit est simple et accessible, mettant en relief la contribution de chaque matériau diélectrique. Dans la Figure 2-1, la ligne CPW est située entre une région d'air de permittivité (1) et de hauteur infinie, et un substrat de permittivité (ϵ_{r1}) et de hauteur (h). La permittivité effective de la ligne (ϵ_{eff1}) est donnée à l'équation (3.1), où (q_1) est le facteur de remplissage partiel [63].

$$\epsilon_{eff1} = 1 + q_1(\epsilon_{r1} - 1) \quad (3.1)$$

L'impédance caractéristique de la ligne CPW (Z_{01}) est calculée en fonction de ϵ_{eff1} selon la formule (3.2). Le terme $K(k'_0)/K(k_0)$ est l'intégrale elliptique calculée selon [64].

$$Z_{01} = \frac{30\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff0}}} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \quad (3.2)$$

Avec :

$$k_0 = \frac{W}{W + 2s} \quad (3.3)$$

$$k'_0 = \sqrt{1 - k_0^2} \quad (3.4)$$

2.1.1.2 Ligne CPW en sandwich entre deux diélectriques

En pratique, certaines applications requièrent l'utilisation de lignes CPW intercalées entre deux régions diélectriques [62]. Cette approche est aisément transposable à la réalisation des fonctions de détection [65]. À des fins d'analyse, une ligne CPW entourée d'un substrat en-dessous et d'une feuille diélectrique au-dessus est présentée à la Figure 2-2.

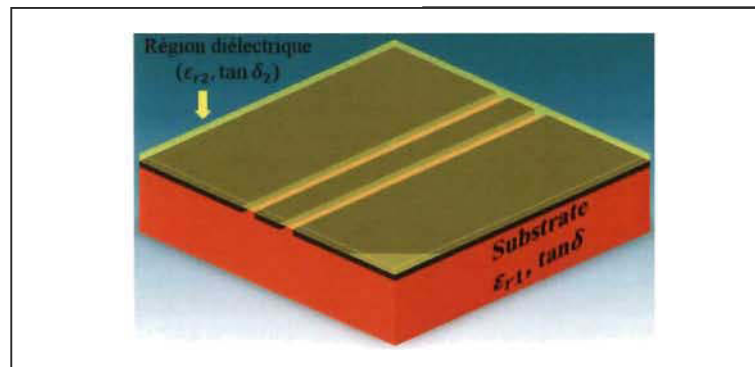


Figure 2-2 : Ligne CPW avec feuille diélectrique

La présence de la feuille diélectrique au-dessus de la ligne introduit une nouvelle région diélectrique de permittivité ϵ_{r2} et d'épaisseur h_2 , parcourue par le champ EM. L'impédance caractéristique est désormais donnée en (3.5) qui, relativement à (3.1), comporte un terme additionnel traduisant l'influence diélectrique de la feuille ajoutée sur le comportement de la

ligne. Le terme (q_2) est analogue à (q_1). Il s'agit du facteur de remplissage partiel dépendant des dimensions de la géométrie de la ligne et des dimensions de la feuille ajoutée.

$$\varepsilon_{eff2} = 1 + q_1(\varepsilon_{r1} - 1) + q_2(\varepsilon_{r2} - 1) \quad (3.5)$$

De manière analogue à l'équation (3.2), l'impédance caractéristique pour cette structure est donnée en (3.6). Elle est calculée en fonction de ε_{eff2} intégrant l'influence de tous les matériaux diélectriques sur le comportement de la ligne. Le terme $K(k'_0)/K(k_0)$ est l'intégrale elliptique calculée de façon identique à la section 2.1.1.1.

$$Z_{02} = \frac{30\pi}{\sqrt{\varepsilon_{eff2}}} \frac{K(k'_0)}{K(k_0)} \quad (3.6)$$

2.1.1.3 Variante CPWG et paramètres diélectriques associés

La plupart des circuits micro-ondes possédant un plan de masse, la configuration CPWG de l'anglais *Coplanar Waveguide Grounded* est une variante de ligne CPW très répandue. Elle est illustrée à la Figure 2-3 partant du circuit de la Figure 2-1, avec un plan de masse.

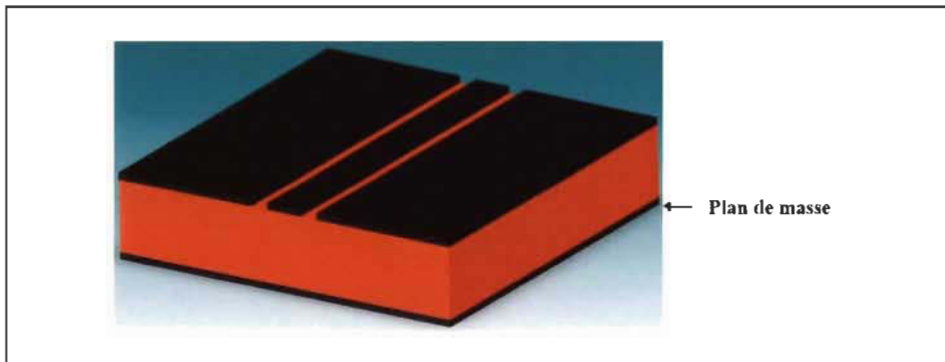


Figure 2-3 : Ligne CPWG

Le plan de masse est connecté aux lignes latérales de la ligne CPW. Il constitue une barrière métallique qui aide à confiner le champ EM à l'intérieur du substrat et à limiter la dispersion. Ce plan de masse sert également à isoler la ligne de l'influence des diélectriques en-dessous. Dans la pratique, des vias sont nécessaires entre les traces latérales de la ligne et le plan métallique pour uniformiser la masse. La permittivité effective de ligne de la Figure 2-3 (ϵ_{eff3}) est donnée à l'équation (3.7), avec (q_3) comme facteur de remplissage partiel et (ϵ_{r3}) comme permittivité du substrat. L'impédance caractéristique (Z_{03}) est donnée à l'équation (3.8), avec $K(k'_0)/K(k_0)$ et $K(k'_3)/K(k_3)$ les intégrales elliptiques calculées à partir de k_0 et k'_0 respectivement donnés aux équations (3.2) et (3.3), k_3 et k'_3 respectivement donnés aux équations (3.9) et (3.10).

$$\epsilon_{eff3} = \frac{1 + 2q_3 \cdot \epsilon_{r3}}{1 + 2q_3} \quad (3.7)$$

$$Z_{03} = \frac{60\pi}{\sqrt{\epsilon_{eff3}}} \frac{1}{\frac{K(k_0)}{K(k'_0)} + \frac{K(k_3)}{K(k'_3)}} \quad (3.8)$$

Avec :

$$k_3 = \frac{\tanh\left(\frac{\pi W}{4h}\right)}{\tanh\left[\frac{\pi(W + 2s)}{4h}\right]} \quad (3.9)$$

$$k'_3 = \sqrt{1 - k_3^2} \quad (3.10)$$

2.1.1.4 Pertes d'une ligne CPW

Le niveau de pertes dans une ligne détermine la qualité de transmission du signal. Les expressions mathématiques des pertes associées aux lignes CPW sont données aux équations (3.11), (3.12) et (3.13), respectivement pour les pertes de radiation (α_r), les pertes diélectriques (α_d) et les pertes de conduction (α_c) [64].

$$\alpha_r = \frac{\pi}{\lambda_0} \frac{1}{Q_{rad}} \quad (3.11)$$

$$\alpha_d = \frac{q \cdot \epsilon_r}{\lambda_g \cdot \epsilon_{eff}} \tan \delta \quad (3.12)$$

$$\alpha_c = R_s \sqrt{\epsilon_{eff}} \cdot Y(W, s, h) \quad (3.13)$$

Les valeurs des pertes dépendent principalement de la fréquence, des propriétés et des dimensions du substrat. Les pertes de radiation (α_r) générées par la propagation du signal EM en-dehors du circuit micro-ondes augmentent avec la fréquence. Elles sont négligeables pour une ligne CPW telle que $G \geq 2.5 \cdot (W + 2s)$ et $h \geq 10 \cdot s$. Les pertes diélectriques (α_d), justifiées par les pertes d'énergie dans le diélectrique augmentent avec l'épaisseur du substrat, la permittivité diélectrique et $\tan \delta$. Les pertes de conduction (α_c) pour leur part liées aux pertes d'énergies dans le conducteur métallique dépendent de la résistivité de cette couche à travers sa résistance R_s , et des dimensions structure à travers le terme $Y(W, s, h)$.

2.1.2 Structure CPW pour l'étude des approches de fonctionnalisation

2.1.2.1 Résonateurs par intégration de fentes aux lignes CPW

L'implémentation de fonctions micro-ondes par association de lignes CPW et de fentes a été développée à la référence [59]. D'autres travaux reprenant les mêmes concepts ont été publiés par la suite, démontrant une grande flexibilité par cette approche de conception [66-69]. Concrètement, les fentes dans le cuivre forment des cavités qui canalisent le champ EM et dictent le comportement micro-ondes de la structure en fonction de la fréquence. La géométrie de la structure de base choisie dans cette thèse est présentée à la Figure 2-4.

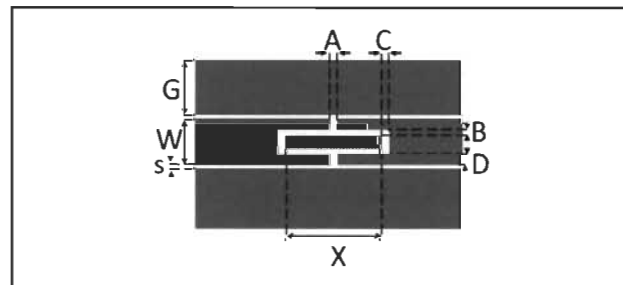


Figure 2-4 : Géométrie du résonateur à fentes

Les dimensions de la ligne CPW (G , W et s) déterminant le mode de l'onde EM qui s'y propage et son impédance caractéristique apparaissent à la gauche de la figure. Les paramètres géométriques du composant (A , B , C , D et X) sont représentés sur les autres côtés du schéma. Les fentes délimitent un rectangle dans la trace centrale de la ligne CPW, et des interstices assurant un couplage capacitif variable. Le comportement du résonateur de la Figure 2-4 est illustré à la Figure 2-5.

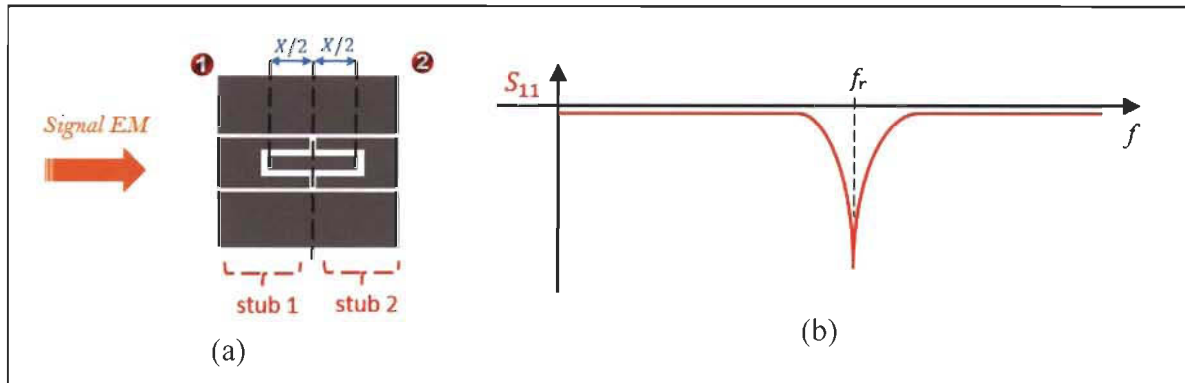


Figure 2-5 : Résonateur CPW (a) structure micro-ondes et (b) réponse en réflexion

Le résonateur est en réalité formé par la juxtaposition de deux stubs ouverts identiques tel que le montre la Figure 2-5 a). Chacun des stubs résonne lorsque $X/2 \cong \lambda/4$ [63]. Le comportement micro-ondes est résumé par l'allure du paramètre S_{11} à la Figure 2-5 b). Hors de la résonance des stubs, le signal est réfléchi après le premier stub et retourné à la source. Aucun signal n'est transmis. À la résonance, les stubs sont passants. L'énergie EM autour du rectangle central est maximale et une partie du signal est transmise à travers la structure.

2.1.2.2 Modélisation du résonateur CPW avec fentes

Le modèle adopté est inspiré de la thèse [70], qui modélise toutes les discontinuités d'une ligne CPW, allant de minces gaps et de simples stubs, à des géométries plus complexes. Une structure en Π a été choisie pour faciliter l'analogie avec le sens de propagation du signal et la géométrie de la structure. Le modèle obtenu est illustré à la Figure 2-6 selon les correspondances suivantes :

- Les inductances (L_{ligne1} , L_{ligne2}) : portion de ligne avant et après le résonateur ;
- Les capacités (C_{2a} , C_{2b}) : effets de bord EM à la frontière de la ligne CPW et du gap ;

- Les capacités (C_{1a} , C_{1b}) : gaps entre la ligne et le rectangle central ;
- L'inductance L_{res} : comportement magnétique du rectangle central ;
- La résistance R_1 : résistance électrique du rectangle central.

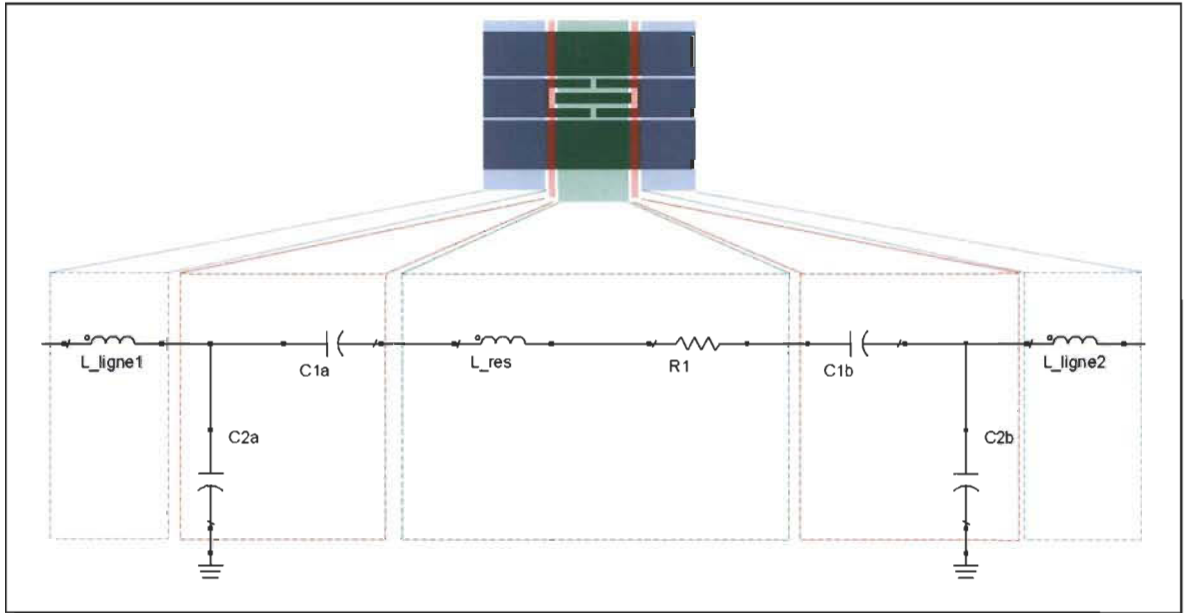


Figure 2-6 : Modèle électrique RF équivalent du résonateur

Une validation du modèle présenté à la Figure 2-6 a été faite à travers la simulation sur le logiciel ADS (de l'anglais "*Advanced Design System*"). Ce logiciel a démontré une forte robustesse dans la simulation de cette technologie, laissant présumer des résultats proches de la pratique. La permittivité du substrat a été fixée à $\epsilon_r = 3.5$ et son épaisseur à $h = 1.524$ mm. Les paramètres de la ligne $W = 60 \mu\text{m}$ et $s = 450 \mu\text{m}$ ont été déterminés grâce à l'outil *LineCalc*, afin d'obtenir une ligne d'impédance caractéristique 50Ω . Conformément aux données de la Figure 2-4, le résonateur simulé est caractérisé par les dimensions suivantes : $A = 200 \mu\text{m}$, $B = 260 \mu\text{m}$, $C = 260 \mu\text{m}$, $D = 512 \mu\text{m}$, et $X = 7.923$ mm. La Figure 2-7 montre les valeurs finales faisant correspondre le modèle à la simulation. Les résultats obtenus sont présentés à la Figure 2-8.

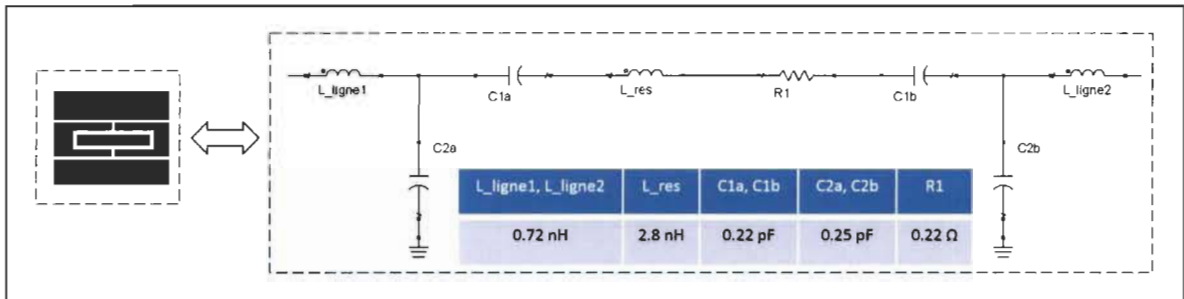


Figure 2-7 : Valeurs optimisées pour la modélisation du résonateur CPW

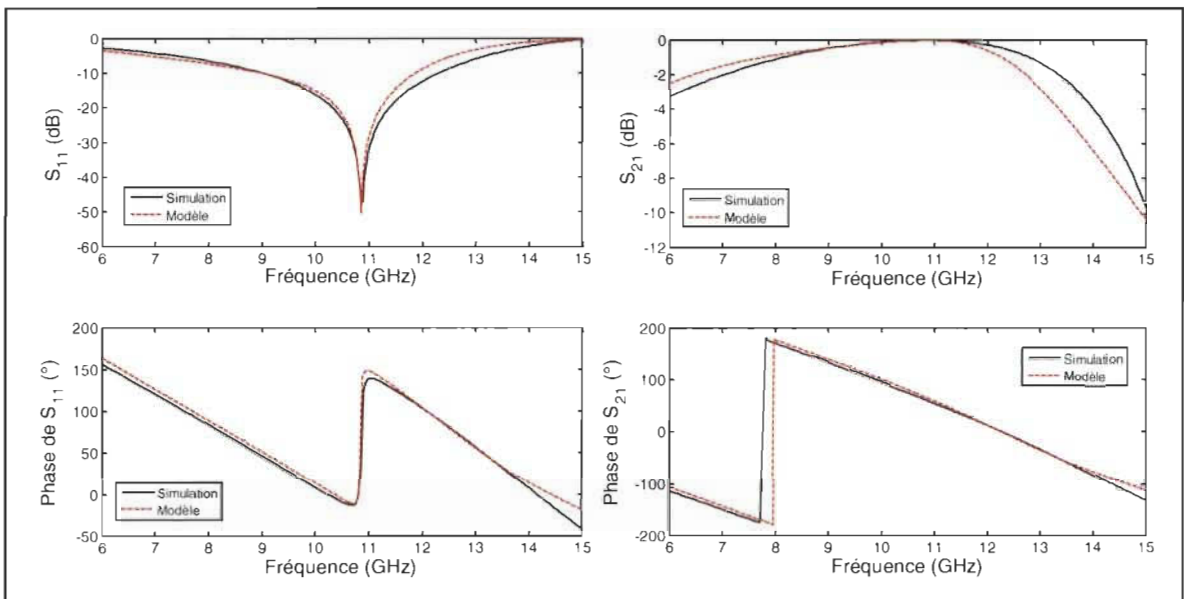


Figure 2-8 : Validation du modèle électrique RF équivalent

De manière générale, les résultats obtenus avec le modèle électrique équivalent sont très proches de la simulation. Les fréquences de résonance coïncident à 10.8 GHz dans les deux (2) cas. Des divergences jusqu'à un maximum de 4 dB en module et 250 MHz en fréquence ont été observées. Elles s'expliquent d'une part par les tolérances de l'outil de simulation sur les dipôles du modèle électrique, et d'autre part par la précision des modèles aux hautes fréquences. La concordance entre les courbes du modèle et celle de la simulation démontre une précision suffisante pour permettre l'étude des approches de fonctionnalisation du résonateur par le modèle de la Figure 2-6.

2.1.2.3 Simulation EM de la structure CPW

Comme l'indiquent les résultats présentés à la Figure 2-9, une simulation EM de la structure CPW a été réalisée, comparant la distribution de l'énergie à 5.3 GHz proche de la résonance, et 10.3 GHz suffisamment éloignée de la résonance.

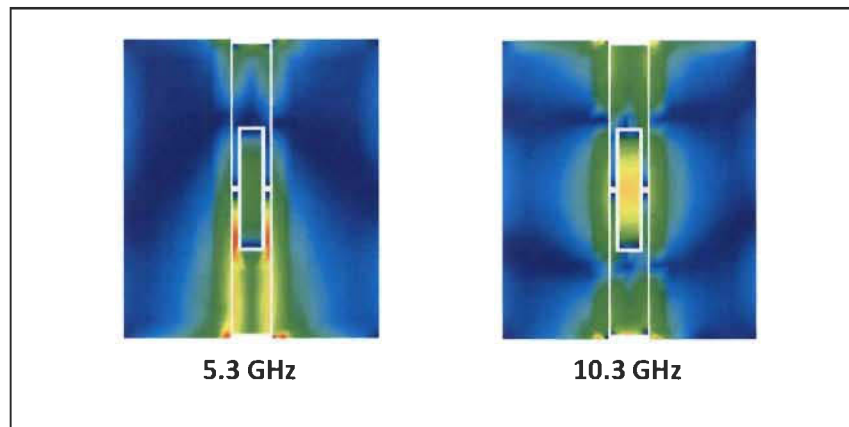


Figure 2-9 : Distribution EM en fonction de la fréquence (a) à 5.3 GHz et (b) à 10.3 GHz

La répartition des puissances montre que loin de la résonance, le signal est réfléchi par les gaps au milieu du résonateur. Cette analyse est confortée à l'observation des zones en rouge dans la Figure 2-9 a) émanant de la superposition des ondes incidentes et des ondes réfléchies. En se rapprochant de la résonance, le couplage capacitif entre la ligne et le rectangle central augmente, permettant une meilleure transmission du signal. À la résonance, le couplage est maximal et le signal EM traverse toute la structure. La plus forte densité d'énergie est localisée dans la zone du rectangle central, indiquant l'emplacement optimal des matériaux sensibles dans l'objectif d'une fonctionnalisation efficace.

2.2 Concepts de fonctionnalisation du résonateur CPW

Avec l'objectif de démontrer le potentiel et la flexibilité des technologies en lignes de transmission pour la réalisation de capteurs à travers les technologies d'impression, cette section constitue l'une des articulations majeures de cette thèse. Elle présente le résultat des réflexions et des analyses ayant débouché sur la proposition de stratégies de fonctionnalisation adaptées à la géométrie, au comportement micro-ondes et aux mécanismes de propagation énergétique à travers la structure choisie à la Figure 2-4. Menée dans une démarche globale, cette méthode a permis de déboucher au-delà des aspects purement micro-ondes, sur des spécifications requises pour le choix des matériaux et les contraintes inhérentes à leur intégration dans ladite structure. La Figure 2-10 schématise l'implémentation des approches adoptées au terme de la démarche.

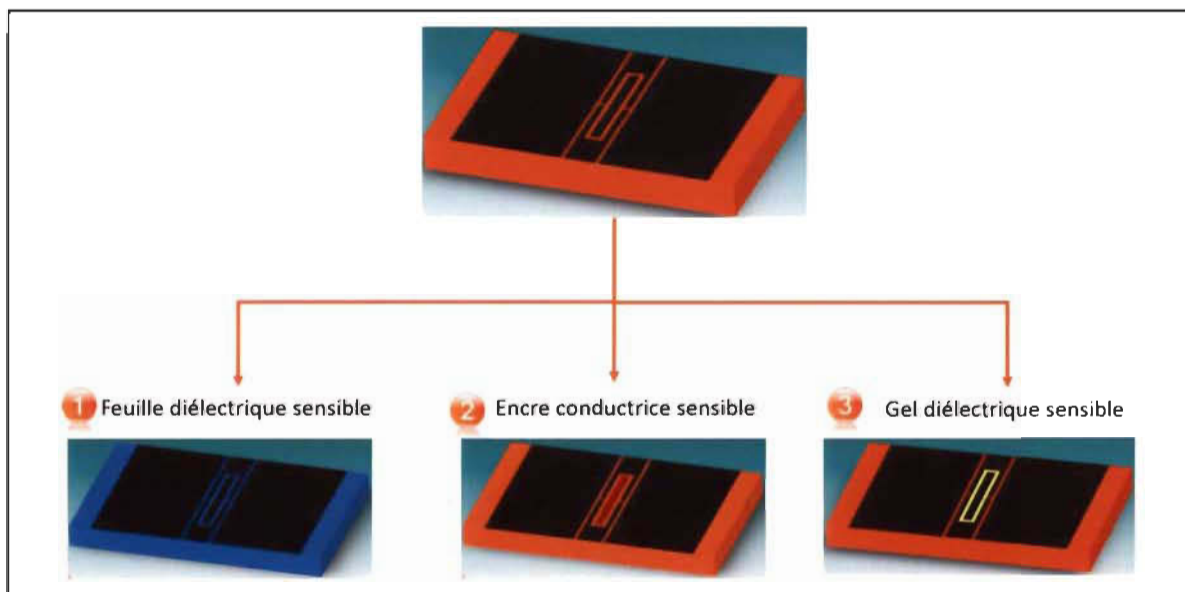


Figure 2-10 : Approches de fonctionnalisation avec le résonateur CPW

En se basant sur la Figure 2-10, les principes de fonctionnalisation étudiés dans cette thèse s'appuient sur l'interaction de feuilles diélectriques sensibles, de conducteurs sensibles ou de gels diélectriques sensibles. Adaptés à la géométrie singulière du résonateur, ils favorisent l'utilisation de matériaux aux propriétés diverses.

2.2.1 Fonctionnalisation par feuille diélectrique sensible

La détection par feuille diélectrique sensible s'appuie sur la variation de ses propriétés diélectriques avec le paramètre environnemental ciblé. Deux approches d'implémentation sont envisageables : l'utilisation d'un substrat sensible ou le dépôt d'une feuille diélectrique sur le résonateur CPW.

2.2.1.1 Fonctionnalisation par substrat sensible

L'approche d'implémentation par substrat sensible est illustrée par l'image à la Figure 2-11 et par le modèle électrique RF équivalent à la Figure 2-12. La nature du substrat sensible détermine la fonction de détection réalisée. L'utilisation d'un substrat hydrophile, par exemple, transformerait le résonateur en capteur d'humidité, tandis qu'un substrat thermoplastique le transformerait en capteur de température. Le principe de détection s'explique à partir des capacités C_{2a} et C_{2b} du modèle électrique RF équivalent (Figure 2-12). Elles reflètent d'une part, les variations de permittivité du substrat dues à l'interaction avec le paramètre environnemental, et d'autre part le changement de dimensions qui l'accompagne soit par le gonflement des matériaux hydrophiles, ou par l'expansion thermique des substrats thermosensibles [13, 45]. L'équation (3.1) reprise ici traduit ce principe de façon claire :

$$\varepsilon_{eff1} = 1 + q_1(\varepsilon_{r1} - 1) \quad (3.1)$$

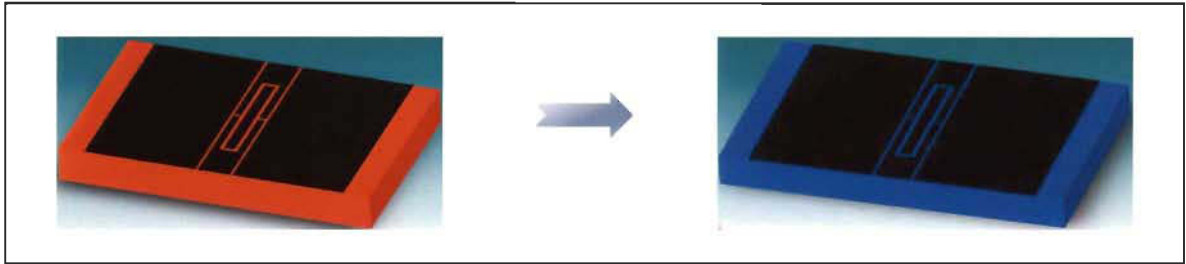


Figure 2-11 : Implémentation du principe de substrat sensible

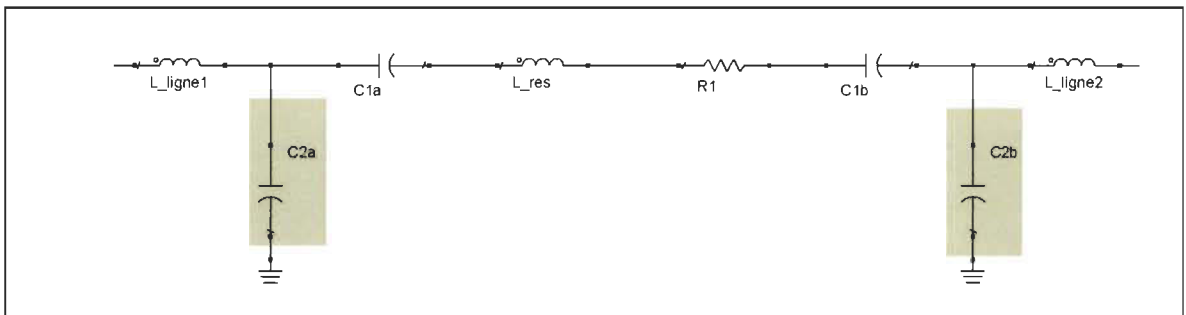


Figure 2-12 : Modélisation électrique de fonctionnalisation par substrat sensible

La permittivité et les dimensions du substrat influencent la permittivité effective de la ligne respectivement par les paramètres ε_{r1} et q_1 . À travers l'équation (3.2), cette variation est reportée sur l'impédance caractéristique. Le comportement des ondes EM est ainsi affecté par le changement environnemental et mesurable par les paramètres S .

2.2.1.2 Fonctionnalisation par feuille diélectrique sensible

L'approche d'implémentation par feuille diélectrique sensible est illustrée par l'image à la Figure 2-13 et par le modèle électrique RF équivalent à la Figure 2-14.

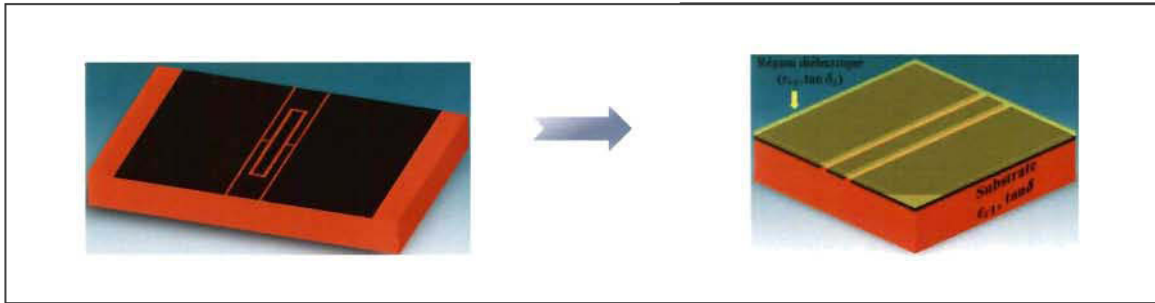


Figure 2-13 : Implémentation du principe de feuille sensible

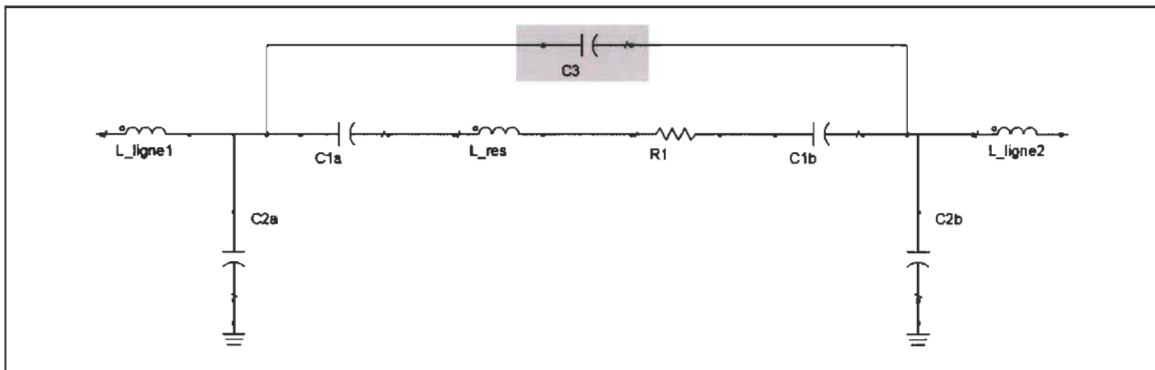


Figure 2-14 : Modélisation électrique de fonctionnalisation par feuille sensible

La feuille sensible rajoute une région diélectrique au-dessus du circuit, représentée par l'ajout de la capacité C_3 au circuit électrique RF équivalent. L'équation (3.7) reprise ci-dessous illustre l'influence de la feuille diélectrique sur les paramètres diélectriques.

$$\varepsilon_{eff2} = 1 + q_1(\varepsilon_{r1} - 1) + q_2(\varepsilon_{r2} - 1) \quad (3.7)$$

La variation des paramètres diélectriques et/ou des dimensions du substrat induit une variation de la permittivité effective (à travers ε_{r2} et q_2) et par suite, une variation de l'impédance caractéristique avec le paramètre environnemental. De même qu'à la section 2.2.1.1, les variations environnementales sont converties en variations des paramètres S . Une attention particulière doit être portée sur le choix d'un substrat non sensible ou très peu sensible au paramètre environnemental ciblé, à l'exemple d'un substrat hydrophobe pour la

détection d'humidité. Dans le cadre de cette thèse, les propriétés des deux substrats choisis sont résumées au Tableau 2-1 : 4003C et Duroid 5880 de Rogers.

Tableau 2-1 : Paramètres des substrats 4003C et 5880 Duroid de Rogers

Substrats	ϵ_r	$\tan \delta$	t	Absorption d'eau après 48h	Tolérance en Température
4003C	3.55	0.0027	35 μm	0.06 %	150 °C
Duroid 5880	2.20	0.0009	35 μm	0.02 %	150 °C

Les substrats du Tableau 2-1 ont été choisis pour leur faible absorption d'eau, leur stabilité en température jusqu'à 150 °C, leur faible permittivité relative et leurs faibles pertes, surtout pour le substrat Duroid 5880, avec $\tan \delta = 0.0009$ [71].

2.2.2 Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible

La fonctionnalisation par diélectrique sensible est illustrée par l'image à la Figure 2-15 et par le modèle électrique RF équivalent à la Figure 2-16. L'approche de fonctionnalisation par gel diélectrique s'appuie sur le principe selon lequel la permittivité relative du gap entre la ligne CPW et le rectangle central influence la fréquence de résonance de la structure de la Figure 2-4. L'intégration d'un gel sensible dans les fentes vient modifier l'état diélectrique de la structure en fonction de la permittivité du gel. Cette variation est transposée aux paramètres micro-ondes par l'interrelation entre les capacités (C_{1a}, C_{1b}) modélisant cette région et l'impédance caractéristique (Z_0), donnée par l'équation (3.14) [72].

$$X1 = \frac{1}{\omega C_{1a,b} \times Z_0} \quad (3.14)$$

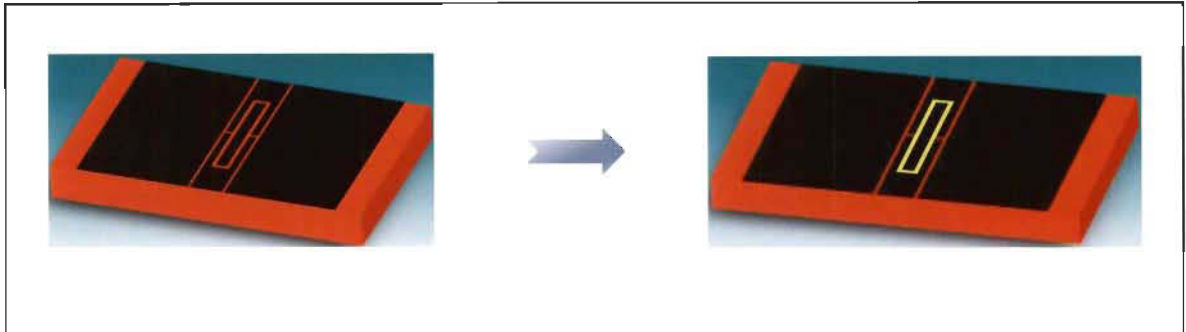


Figure 2-15 : Implémentation du principe de gel sensible

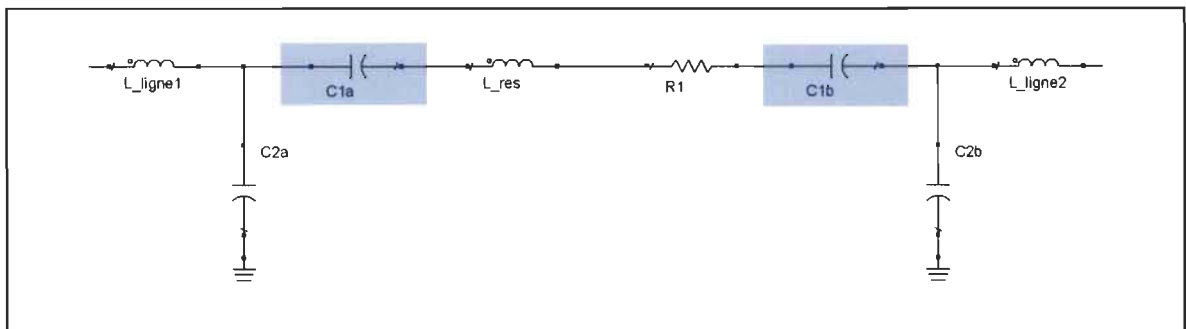


Figure 2-16 : Modélisation électrique de la fonctionnalisation par gel sensible

D'après l'analyse à la section 2.1.2.1, le champ EM est concentré autour du rectangle central à la résonance. Avec l'approche de fonctionnalisation susmentionnée, la résonance apparaîtra à une fréquence différente, dictée par la valeur du diélectrique sensible. La nature du gel détermine alors la typologie du capteur. Le dépôt d'un diélectrique hydrophile par exemple viendra modifier la fréquence de résonance en fonction de l'humidité et en fera un capteur d'humidité. Cette approche est adaptée aux techniques d'impression où le dépôt de diélectriques à travers plusieurs techniques est totalement maîtrisé. De plus, la minceur des couches conductrices et des diélectriques contribuera à renforcer l'effet capacitif à l'origine du principe de fonctionnalisation.

2.2.3 Fonctionnalisation par encre sensible

L'approche d'implémentation par encre conductrice sensible est illustrée par l'image à la Figure 2-17, et par le modèle électrique RF équivalent à la Figure 2-18.



Figure 2-17 : Implémentation du principe d'encre sensible

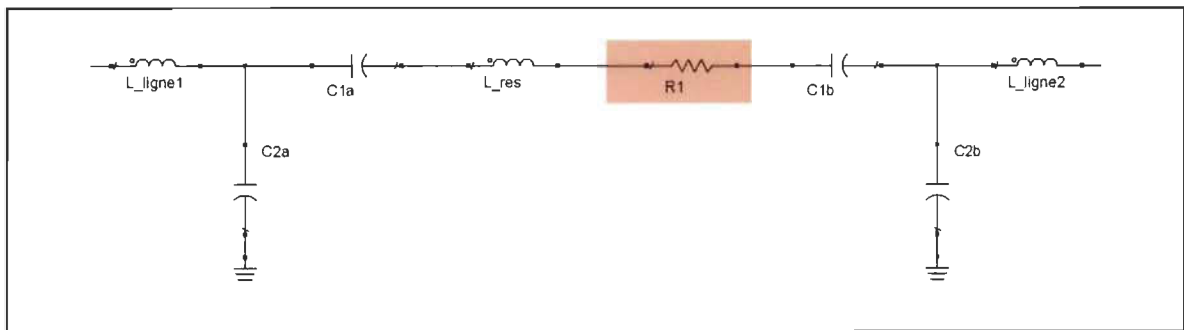


Figure 2-18 : Modélisation électrique de la fonctionnalisation d'encre sensible

La fonctionnalisation par encre sensible est réalisée selon le principe par lequel l'onde EM parcourant le circuit sera ralentie ou accélérée par la conductivité électrique du rectangle central. La vitesse de phase est donnée par (3.15) où f est la fréquence de l'onde et λ est sa longueur d'onde.

$$v_p = f \cdot \lambda \quad (3.15)$$

À fréquence constante, le ralentissement ou l'accélération de l'onde EM crée une modification de la période spatiale λ mesurable par la phase des paramètres S [73]. Elle s'accompagne également d'un changement d'impédance. En effet, la valeur de la résistance de la trace R_1 est donnée à l'équation (3.16), où σ est la conductivité et μ_0 , la perméabilité magnétique du vide [72] :

$$R_1 = \sqrt{\frac{\pi f \mu_0}{\sigma}} \quad (3.16)$$

La variation de conductivité induit une variation de la résistance électrique, qui modifie à son tour l'impédance vue à l'entrée du résonateur [73]. Par ce principe, la variation d'impédance permet également de mesurer les variations environnementales à l'origine du changement de conductivité. Cette approche est adaptée aux technologies d'impression où l'épaisseur et la conductivité des couches déposées a une grande influence sur le fonctionnement et les performances des composants [74].

2.2.4 Synthèse des approches de fonctionnalisation

Trois approches de fonctionnalisation sur résonateur CPW et adaptées aux technologies d'impression ont été développées et analysées. Elles sont inspirées de la nature et des propriétés des matériaux d'impression : substrats diélectriques, encres diélectriques et encres conductrices. Les feuilles sensibles sont soit déposées sur le résonateur CPW, soit utilisées comme substrats lorsque l'imprimabilité le permet. La présence des fentes permet la fonctionnalisation des circuits par insertion de gels diélectriques sensibles dans les interstices. La géométrie du résonateur facilite également l'utilisation de matériaux

conducteurs pour la détection. Au-delà de l'identification de ces principes, le véritable défi est de trouver les matériaux sensibles convenables, à même de réaliser la détection et de produire les performances attendues. Les pistes envisageables nous orientent soit vers l'offre commerciale, la reconversion de matériaux initialement destinés à d'autres applications ou la synthèse de nouveaux matériaux.

Les trois (3) approches de fonctionnalisation offrent principalement deux (2) possibilités d'analyse pour transcrire la détection environnementale à travers les paramètres S : la détection suivant les mécanismes de réflexion avec le paramètre S_{11} en module, et la détection suivant les mécanismes de transmission avec le paramètre S_{21} en phase. Toutes ces approches sont résumées dans le Tableau 3-1 qui présente les schémas de principe, les approches de fonctionnalisation et la mesure des changements environnementaux.

2.3 Analyse des performances de capteurs en technologie CPW

L'identification de critères d'analyse de la performance est nécessaire pour (i) situer la performance du capteur par rapport à celle des autres capteurs disponibles ; (ii) évaluer la robustesse des capteurs aussi bien dans des conditions d'opération nominales que variables et (iii) assurer l'identification, l'analyse et la compréhension des mécanismes de dégradation de la performance. Dans cette section, les critères choisis pour l'analyse de la performance à la fois vue sous l'angle de la détection et celui de la réponse micro-ondes au long des plages dynamiques sont présentés.

Table 2-2 : Synthèse des schémas de principes, des approches de fonctionnalisation et de mesure

Approche	Schéma de principe	Fonctionnalisation	Mesure
Substrat sensible			$ S_{11} $ ϕ_{21}
Feuille sensible			$ S_{11} $ ϕ_{21}
Diélectrique sensible			$ S_{11} $ ϕ_{21}
Encre sensible			ϕ_{21}

2.3.1 Analyse des performances de détection

Les critères de performance des capteurs sont largement développés dans la littérature, dont à la référence [75] proposée par des collègues du LMST : la plage dynamique, la linéarité, la sensibilité, la sélectivité, le temps de réponse, le temps de recouvrement et la répétabilité.

2.3.1.1 Plage dynamique

La plage dynamique est l'intervalle de stimulus sur lequel un capteur est capable de mesurer les variations du paramètre environnemental ciblé. Sa mesure est limitée par l'environnement (milieux humides ou milieux secs), les contraintes de test (capacité des bancs de test à générer des taux d'humidité de 0 %RH à 100 %RH par exemple), ou les limitations inhérentes aux matériaux utilisés. Les matériaux à semi-conducteurs auront par exemple une plage dynamique de température limitée à 125 °C dans le cas du silicium ou 250 °C dans le cas du carbure de silicium [76]. Plus la plage dynamique est grande, plus le capteur pourra couvrir une large gamme d'applications.

2.3.1.2 Linéarité

La linéarité traduit la propriété d'un circuit à fournir une réponse ($\Delta\Gamma$) proportionnelle au stimulus ($\Delta\xi$), tel qu'illustré à l'équation (3.17) où k est un nombre réel.

$$\Delta\Gamma = k \cdot \Delta\xi \quad (3.17)$$

Les portions linéaires de la plage dynamique assurent une réponse du système après toute variation du paramètre environnemental, ainsi que la capacité à prévoir cette réponse de manière simple et précise, sans l'application de méthodes de linéarisation. Dans cette thèse, la linéarité est évaluée par le coefficient de corrélation (R^2) des différents points de mesure à l'issue d'un test. Les réponses non linéaires sont divisées en une juxtaposition de zones linéaires, où il est possible d'en mesurer les performances.

2.3.1.3 Sensibilité

Considérons un paramètre environnemental dont la variation est mesurée par une donnée micro-onde ξ tels que des paramètres S en module ou en phase. Considérant les paramètres non mesurés fixes, toute variation de la mesure ($\delta\xi$) issue de variations potentielles d'humidité, de température et de pression est donnée par (3.18).

$$\delta\xi = \frac{\partial\xi}{\partial P} \delta P + \frac{\partial\xi}{\partial T} \delta T + \frac{\partial\xi}{\partial(RH)} \delta(RH) \quad (3.18)$$

$$\delta\xi = S_P^\xi \delta P + S_T^\xi \delta T + S_{(RH)}^\xi \delta(RH) \quad (3.19)$$

La variation totale ($\delta\xi$) est formée des variations de chaque paramètre environnemental à l'équation (3.19), pondérées de coefficients qui définissent la sensibilité. Par identification entre (3.18) et (3.19), les expressions de sensibilité sont précisées par les équations (3.20), (3.21) et (3.22) ci-après.

$$S_P^\xi = \left. \frac{\partial\xi}{\partial P} \right|_{RH=cte, T=cte} = \left. \frac{\xi_2 - \xi_1}{P_2 - P_1} \right|_{RH=cte, T=cte} \quad (3.20)$$

$$S_T^\xi = \left. \frac{\partial \xi}{\partial T} \right|_{RH=cte, P=cte} = \left. \frac{\xi_2 - \xi_1}{T_2 - T_1} \right|_{RH=cte, P=cte} \quad (3.21)$$

$$S_{RH}^\xi = \left. \frac{\partial \xi}{\partial (RH)} \right|_{P=cte, T=cte} = \left. \frac{\xi_2 - \xi_1}{(RH)_2 - (RH)_1} \right|_{P=cte, T=cte} \quad (3.22)$$

La sensibilité évalue à quel point une petite variation du paramètre environnemental entraîne une forte variation au niveau de la mesure. Elle est évaluée pour le paramètre environnemental ciblé : S_P^ξ pour la pression, S_T^ξ pour la température, et $S_{(RH)}^\xi$ pour l'humidité. En général, les capteurs sont conçus pour avoir une sensibilité très élevée [77]. Dans cette thèse, la sensibilité est déterminée par application de la loi des moindres carrés appliqués aux points de mesure des portions linéaires de la réponse dynamique. Elle est validée par un coefficient de corrélation élevé ($R^2 \geq 0.90$).

2.3.1.4 Sélectivité

À l'inverse de la sensibilité, la sélectivité évalue la variation de la grandeur ξ pour un paramètre non ciblé. Elle se mesure par exemple en soumettant un capteur d'humidité à une variation de température ou de pression. La valeur du ratio entre la sensibilité du circuit pour le paramètre visé relativement à celle de sa sensibilité pour les paramètres non visés permet d'évaluer la sélectivité. Soient (γ_P^{RH}) et (γ_T^{RH}) ces ratios pour un capteur d'humidité soumis respectivement à la pression et à la température. (γ_P^{RH}) et (γ_T^{RH}) sont donnés par les équations (3.23) et (3.24) respectivement.

$$\gamma_P^{RH} = \frac{S_P^\xi}{S_{RH}^\xi} = \frac{\left. \frac{\partial \xi}{\partial P} \right|_{RH=cte, T=cte}}{\left. \frac{\partial \xi}{\partial (RH)} \right|_{P=cte, T=cte}} \quad (3.23)$$

$$\gamma_T^{RH} = \frac{S_T^\xi}{S_{RH}^\xi} = \frac{\left. \frac{\partial \xi}{\partial T} \right|_{RH=cte, P=cte}}{\left. \frac{\partial \xi}{\partial (RH)} \right|_{P=cte, T=cte}} \quad (3.24)$$

γ_P^{RH} et γ_T^{RH} doivent être très faibles pour s'assurer que le capteur réagit principalement à l'humidité et dérisoirement aux autres paramètres. Des paramètres analogues peuvent être définis pour évaluer la sensibilité d'un capteur de température ($\gamma_P^T, \gamma_{RH}^T$) ou celle d'un capteur de pression ($\gamma_{RH}^P, \gamma_T^P$). La notion de sélectivité est centrale dans la conception de multi-capteurs [78]. Dans cette thèse, la sélectivité sera évaluée avec la température pour capteurs d'humidité et avec l'humidité pour les capteurs de température autant que possible.

2.3.1.5 Répétabilité

La répétabilité évalue la capacité du même capteur à reproduire les mêmes performances au cours de tests successifs. En effet, certains capteurs sont soit détruits, soit endommagés par une exposition répétée aux mêmes conditions de test. Des causes de diverses natures liées aux propriétés matériaux sensibles et au comportement du circuit micro-ondes peuvent l'expliquer. Certains facteurs sont directement liés à l'interaction entre le capteur et le milieu environnant, provoquant par exemple une augmentation des pertes électriques ou diélectriques par dérive thermique [44]. D'autres causes sont directement liées à une interaction non réversible des matériaux avec le paramètre environnemental ciblé :

absorption d'eau sans possibilité de relâchement, effet mémoire amenant une dérive de la valeur mesurée ou augmentation du temps de réponse du capteur [48]. Tous ces effets induisent une hystérésis dans la réponse du capteur, qui le rendent non répétable.

2.3.2 Analyse des performances micro-ondes

L'analyse des performances micro-ondes sert à mesurer la dégradation des performances de détection, une dégradation des performances micro-ondes induisant une baisse de la performance tel que démontré au Chapitre 1. L'intérêt d'une telle démarche est d'évaluer la robustesse de détection sur l'ensemble de sa plage dynamique. Des analyses pourront par la suite être menées afin de distinguer les causes liées au matériau sensible de celles liées à la structure micro-ondes, dans le but de proposer des solutions adéquates pour l'amélioration de la performance. Dans cette section, des facteurs de mérite caractéristiques de l'ensemble formé de la structure micro-ondes et du matériau sensible sont introduits.

2.3.2.1 Figure de mérite des capteurs à base de résonateurs

La figure de mérite d'un résonateur est son facteur de qualité (Q) [73]. Le lien entre le facteur de qualité d'un résonateur et sa sensibilité en tant que capteur est amplement démontré dans la littérature. En augmentant le facteur qualité, la sensibilité s'accroît [52, 53, 55]. Ici, le facteur de mérite est défini en lien avec l'ensemble formé du résonateur et du matériau sensible. Pendant la détection, le facteur de mérite d'un capteur à réponse fréquentielle peut être affecté par deux causes. D'une part, les pertes dues à l'interaction entre le matériau sensible et le paramètre ciblé. Dépendamment de la nature du matériau, les

mécanismes de détection génèrent ainsi des pertes électriques ou diélectriques qui diminuent le facteur de mérite du capteur. D'autre part, la variation fréquentielle du résonateur induit par définition une modification du facteur de qualité. Une méthode d'évaluation graphique de la dégradation du facteur de mérite a été proposée par [65] et est illustrée à la Figure 2-19.

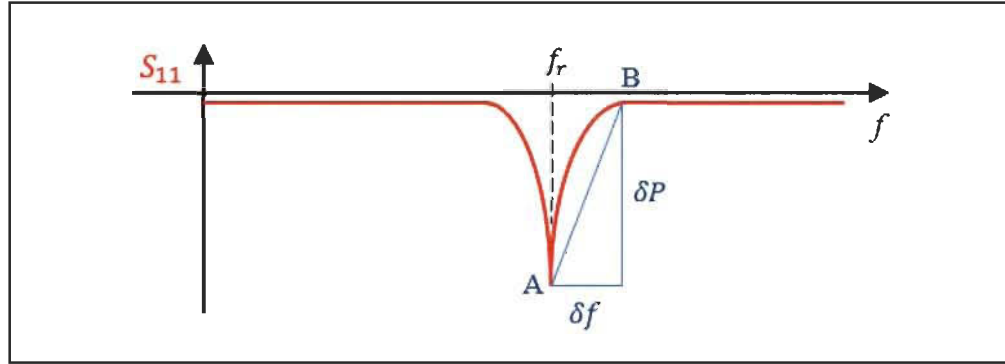


Figure 2-19 : Paramètres de calcul de la figure de mérite en fréquence

Dans la Figure 2-19, la qualité de la résonance est évaluée par la pente (μ) évaluant la variation de la puissance réfléchie δP par rapport au décalage fréquentiel δf .

$$\mu = \frac{\delta P}{\delta f} \quad (3.25)$$

δf est évaluée entre le point de résonance où la puissance est minimale, et le point de puissance maximale suivant. Une pente plus petite suppose une plus grande dégradation du facteur de qualité. Une faible diminution de (μ) sur la plage dynamique démontre une meilleure robustesse du capteur vis-à-vis du paramètre environnemental ciblé. Ainsi, la pente de variation de (μ) en fonction de la valeur ciblée ci-après désignée (κ) indique la stabilité du facteur de mérite durant la détection. Pour les capteurs d'humidité, (μ) est exprimée en dB/Hz, et sa pente (κ) en dB/Hz/%RH.

2.3.2.2 Figure de mérite des capteurs à base de déphaseurs

Idéalement, l'intégration d'un déphaseur dans un réseau micro-ondes induit un changement de phase sans rajouter de pertes de transmission [73]. En influant sur la propagation des ondes EM à travers le résonateur, les mécanismes du déphasage ont un effet sur la qualité de la transmission. La figure de mérite du déphaseur (F_ϕ) inspirée de [79], évalue les pertes de transmission à mesure que le déphasage augmente. Contrairement à la valeur moyenne des pertes, nous utiliserons les pertes maximales dans cette thèse afin d'évaluer la robustesse du capteur dans les conditions extrêmes. La Figure 2-20 illustre la détermination du facteur de mérite (F_ϕ).

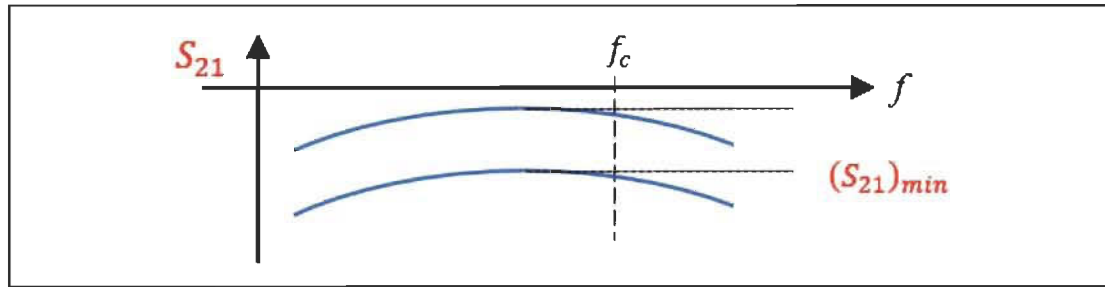


Figure 2-20 : Paramètres de calcul de la figure de mérite en phase

Soient $\Delta\phi$ le changement de phase et $|S_{21}|_{min}$ les pertes maximales en module. F_ϕ est donné par l'équation (3.26).

$$F_\phi = \frac{\Delta\phi}{|S_{21}|_{min}} \quad (3.26)$$

Une valeur élevée de F_ϕ traduit soit des pertes de transmission minimisées, soit une forte sensibilité durant la détection. Pour des valeurs égales de F_ϕ , le capteur ayant le déphasage le moins élevé est celui qui a le moins de pertes en transmission.

2.4 Conclusion du chapitre

Ce chapitre constitue la première étape dans notre cheminement vers la réalisation de capteurs micro-ondes imprimés. La théorie des lignes de transmission en technologie CPW a été abordée, de manière à faire le lien avec la disposition des matériaux diélectriques dans l'espace. La structure de base inspirant les concepts de fonctionnalisation micro-ondes originaux a été présentée, étudiée et modélisée. Cette analyse a permis d'identifier des stratégies d'intégration applicables à cette structure, et transposables aux technologies d'impression. Au terme de l'analyse, les principales approches mènent à l'implémentation de mécanismes générant une variation de fréquence ou de phase pour la détection. Elles s'appuient sur des feuilles diélectriques, des gels et des conducteurs sensibles, couvrant ainsi toute la panoplie des matériaux disponibles en impression. Par ailleurs, des axes d'analyse de la performance ont été proposés afin de faciliter l'analyse et la comparaison des capteurs, d'assurer la compréhension des causes menant à la dégradation des performances, et d'identifier des solutions pouvant limiter cette dégradation. La structure micro-ondes étant ainsi connue, l'étape suivante est de trouver des matériaux sensibles efficaces et intégrables dans les structures proposées, en vue de la validation des concepts de détection et les principes d'analyse énoncés. Comme précédemment mentionné, nous nous sommes tournés vers des matériaux biodégradables afin de renforcer le caractère environnemental des technologies d'impression, et de valoriser les produits de la biomasse lignocellulosique.

3. Nouveaux matériaux biodégradables pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes

Les matériaux sensibles occupent une place centrale dans la conception de capteurs environnementaux. Malgré un relèvement de standards industriels et de recherche intégrant désormais la préservation de la planète, très peu de matériaux écologiques ont cependant été étudiés dans le domaine de la détection environnementale aux fréquences micro-ondes. Ce chapitre introduit à la communauté micro-ondes de nouveaux matériaux biodégradables à base de cellulose pour la détection d'humidité : les nanofibres de cellulose oxydées et la pâte thermomécanique oxydée. Partant du bois, ils sont oxydés par le procédé aTEMPO, qui accroît considérablement leur affinité à l'eau. Les matériaux finaux sont disponibles sous forme de feuilles, gels ou encres sensibles, mais aussi de biodégradables pouvant incorporer des matériaux visqueux ou poudreux. La synthèse des matériaux est d'abord présentée. Leur caractérisation physique, diélectrique et sous humidité variable vient valider leur potentiel.

3.1	Développement de matériaux hydrophiles à base de nano-cellulose	84
3.1.1	Identification et préparation des matériaux à base de nano-cellulose.....	84
3.1.2	Oxydation aTEMPO et caractère hydrophile des matériaux sensibles ...	86
3.2	Préparation et caractérisation de gels de NCTO et de PTMO	89
3.2.1	Préparation et caractérisation physique de gels de NCTO et de PTMO .	89
3.2.2	Caractérisation micro-ondes des gels de NCTO et de PTMO	92
3.2.3	Caractérisation des gels de NCTO et PTMO sous humidité variable	96
3.3	Préparation et caractérisation de feuilles à base de NCTO et NCTO/PVOH...	100
3.3.1	Préparation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH	101
3.3.2	Caractérisation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH	102
3.4	Préparation et caractérisation de feuilles à base de PTMO	108
3.4.1	Préparation des feuilles de PTM et PTMO	109
3.4.2	Caractérisation des feuilles de PTM-II, PTMO-I et PTMO-II.....	111
3.5	Préparation et sensibilité du polymère NCTO-PPy	115
3.5.1	Préparation des feuilles NCTO/PPy.....	115
3.5.2	Polypyrrole et détection d'humidité.....	116

3.1 Développement de matériaux hydrophiles à base de nano-cellulose

Cette section présente l'ensemble des matériaux introduits à la communauté scientifique pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes. Formés de cellulose, ces matériaux possèdent de nombreux atouts pour une fonctionnalisation performante et une production à moindre coût. Ils tirent avantage (i) du caractère hydrophile de la cellulose qui favorise l'implémentation de mécanismes de fonctionnalisation pour la détection d'humidité ; (ii) de l'abondance de la cellulose et de la simplicité des processus d'extraction qui concourent à la réduction du coût de production ; (iii) de la biodégradabilité naturelle de la cellulose pour l'émergence d'une classe de matériaux sensibles respectueux de l'environnement.

3.1.1 Identification et préparation des matériaux à base de nano-cellulose

La Figure 3-1 donne une description schématique simplifiée des matériaux proposés, des étapes de fabrication et de la nature des transformations (chimique ou mécanique). Les matériaux ont été fabriqués par des chercheurs partenaires du département de chimie de l'université du Québec à Trois-Rivières (UQTR), dans le cadre de la collaboration que nous avons initiée. La matière première à l'origine de la fabrication des matériaux est le bois. Partant du bois, deux (2) options de traitement sont possibles, définissant au passage le type, la composition et les propriétés des matériaux sensibles obtenus. La première option de traitement consiste en la fragmentation mécanique du bois par raffinage, avec simplement de l'eau comme catalyseur. La pâte thermomécanique est ensuite obtenue après un traitement à la vapeur. Elle est qualifiée de pâte primaire après un broyage (ci-après désignée "PTM-I") et de secondaire après deux broyages (ci-après désignée "PTM-II").

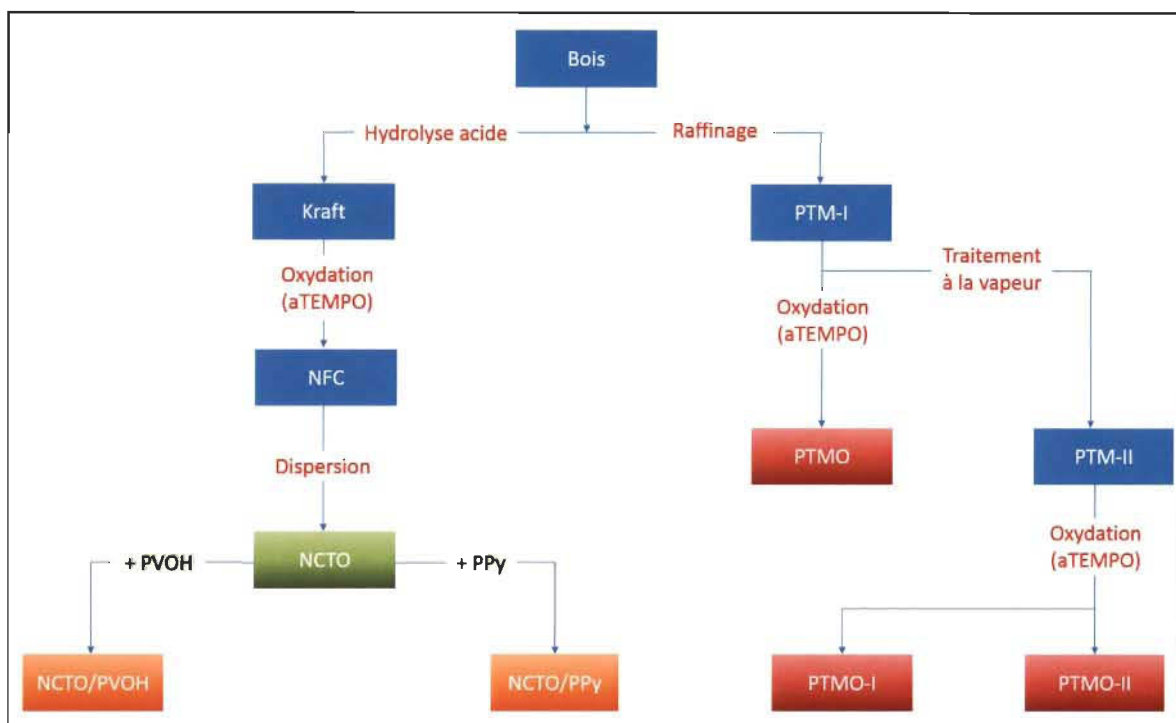


Figure 3-1 : Étapes de fabrication des matériaux lignocellulosiques et de composites sensibles à partir du bois

Constituée de fibres millimétriques, la pâte thermomécanique contient environ 40 – 50 % de cellulose, 15 – 30 % d'hémicelluloses et 20 – 30 % de lignine [80]. La deuxième option est le traitement chimique du bois par hydrolyse acide, produisant la pâte Kraft. Dans un cas comme dans l'autre (pâte Kraft ou PTM), les pâtes sont par la suite oxydées grâce au procédé 4-acetamido-2,2,6,6-Tetramethyl-piperidin-1-oxyl (ci-après désigné "aTEMPO"), pour produire respectivement de la fibre oxydée (FO), ou de la pâte thermomécanique oxydée (ci-après désignée "PTMO"). Ce procédé introduit à la référence [81] et résumé à la section 4.1.2 renforce le caractère hydrophile des pâtes, et en fait de meilleurs candidats pour la détection d'humidité. Produite à partir de PTM-II, la PTMO-I correspond la pâte faiblement oxydée, tandis que la PTMO-II correspond à de la pâte fortement oxydée. La pâte Kraft est pour sa part dispersée par broyage afin d'obtenir des fibres dimensions nanométriques appelées

nanofibres de cellulose, dont l'oxydation produit des nanofibres de cellulose aTEMPO oxydées (ci-après désignées "NCTO").

À côté de ses propriétés hydrophiles, la cellulose peut aussi être utilisée comme matrice, incorporant des matériaux dont la texture ou la viscosité compromettent leur intégration directement sur le composant micro-ondes. La porosité fibrillaire de la cellulose offre des espaces où peuvent se loger des particules de matériaux sensibles. Dépendamment de la nature desdits matériaux, le composite final sera sensible à l'humidité ou à la température, combinant les mécanismes d'interaction de la cellulose et ceux du matériau incorporé [39]. Comme le montre la Figure 3-1, deux matériaux connus pour leur sensibilité à l'humidité ont été incorporés avec succès à la NCTO : l'alcool polyvinylique (PVOH) et le polypyrrole (PPy). Les matériaux composites NCTO/PVOH et NCTO/PPy font donc également partie de la panoplie des matériaux introduits pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes dans cette thèse. Le PPy a par ailleurs démontré une sensibilité vis-à-vis de la température [82], élargissant au besoin le potentiel des matériaux sensibles proposés dans cette thèse à d'autres applications de détection environnementale.

3.1.2 Oxydation aTEMPO et caractère hydrophile des matériaux sensibles

La cellulose est hydrophile par nature. Son motif dimérique (cellobiose) présenté à la Figure 3-2 révèle la présence d'un groupement hydroxyde (OH) primaire en C6 et de deux (2) groupements hydroxydes secondaires en C3 et C4. L'oxydation par aTEMPO vise à augmenter l'affinité de la cellulose à l'eau, en oxydant préférentiellement l'alcool primaire en un groupement aldéhyde (CHO) dans un premier temps, puis en un groupement carboxyle

(COO^- ou COOH selon le pH de la solution) dans un deuxième temps. Ce groupement présente une polarité plus grande, avec pour effet l'augmentation de l'attraction des molécules d'eau [83], également polaires. Le procédé aTEMPO est résumé à la Figure 3-3.

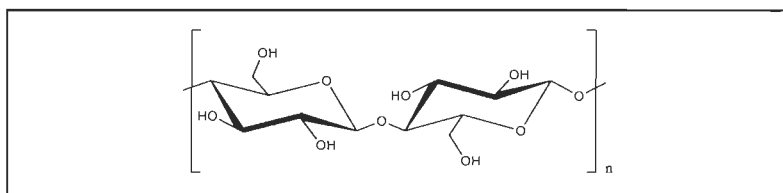


Figure 3-2 : Motif dimérique de la cellulose, le cellobiose

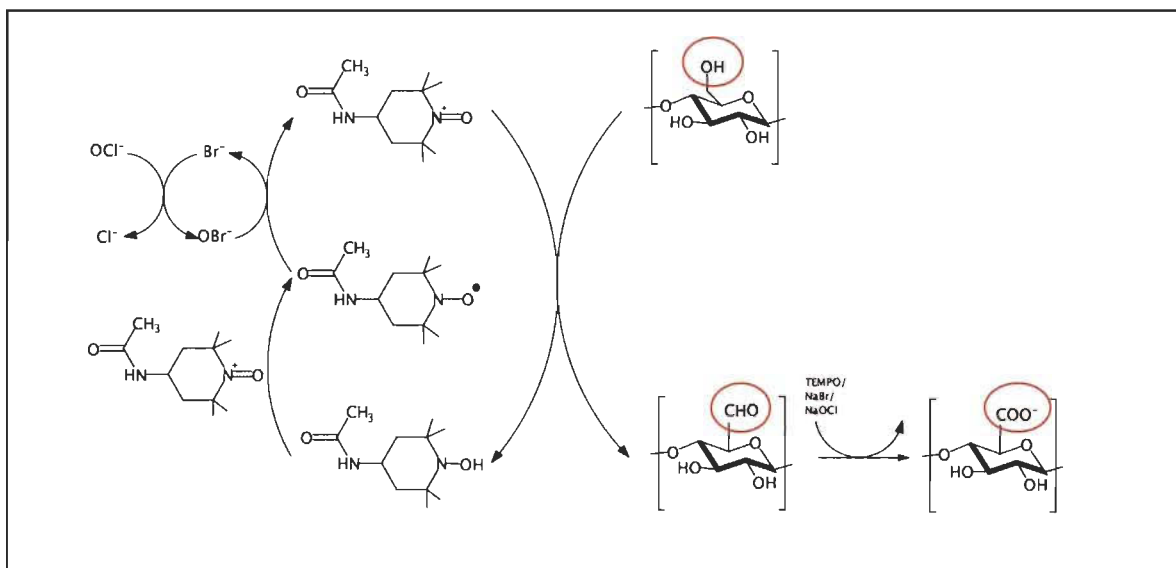


Figure 3-3 : Procédé d'oxydation aTEMPO de la cellulose

Les réactifs d'un procédé d'oxydation aTEMPO sont (i) la molécule aTEMPO et (ii) le couple de co-oxydants NaOCl/NaBr qui active la molécule aTEMPO et permet la double oxydation. Dans un premier temps, l'alcool primaire de la cellulose en position C6 est oxydé par aTEMPO, sous sa forme oxoammonium, afin d'être converti en groupement aldéhyde (CHO). Par la suite, la molécule de aTEMPO réduite en ion hydroxylamine est réactivée par

le couple NaOCl/NaBr en ion oxoamonium, afin d'oxyder le groupement aldéhyde en groupement carboxyle (COO^-), comportant d'avantage d'oxygène comparativement au groupement hydroxyde. La polarité de la molécule augmente alors. L'oxydation aTEMPO contribue ainsi à la préparation de matériaux à base de cellulose et au caractère hydrophile renforcé. Il faut noter que pendant l'absorption d'eau, la cellulose demeure cependant insoluble, grâce à la présence de liaison beta 1-4 entre les monomères de glucose [84]. Elle gonfle mais n'est pas dissoute par l'eau. Elle peut donc être utilisée comme matériau sensible pour la détection d'humidité.

3.1.3 Utilisation des nouveaux matériaux sensibles pour la détection d'humidité

À titre de récapitulatif, voici matériaux introduits pour la détection d'humidité :

- les nanofibres de celluloses aTEMPO oxydées (NCTO) ;
- la pâte thermomécanique faiblement oxydée aTEMPO (PTMO-I) ;
- la pâte thermomécanique fortement oxydée aTEMPO (PTMO-II) ;
- le composite NCTO/PVOH ;
- le composite NCTO/PPy.

L'utilisation de ces matériaux pour l'implémentation de la fonction de détection dépend des mécanismes adaptés à chaque matériau. À l'exception du NCTO/PPy dont le mécanisme fonctionnel est basé sur la conductivité électrique, tous les autres matériaux procèdent par des interactions de nature diélectrique. Le matériau NCTO peut être préparé sous forme de gels purs ou de gels composites tels que NCTO/PVOH, et utilisés pour la détection suivant les principes élaborés à la section 2.2.2. La texture des gels et la taille des fibres constituent

des facteurs limitants pour l'intégration de suspensions de PTMO, compte tenu de la dimension millimétrique des interstices du résonateur CPW. Les matériaux NCTO et PTMO peuvent également être préparés sous forme de feuilles et utilisés pour la détection conformément aux principes développés à la section 2.2.1. À ce stade-ci, l'utilisation de ces matériaux comme feuilles diélectriques déposées sur un résonateur est certaine. L'éventualité de leur utilisation comme substrat par impression directe sera explorée à la section 0, traitant de l'imprimabilité des feuilles diélectriques. Le matériau NCTO/PPy réagissant par changement de conductivité électrique peut, pour sa part, être utilisé selon le principe de l'encre conductrice présenté à la section 2.2.3.

3.2 Préparation et caractérisation de gels de NCTO et de PTMO

Ce paragraphe entame l'étude des matériaux sensibles proposés par la préparation et la caractérisation de gels sensibles de NCTO et de PTMO. Aisément déposables dans des cavités, ils peuvent servir de matrices à des matériaux dont la granulométrie ou la viscosité empêchent une intégration directe. Même si d'autres gels ont été proposés pour la détection d'humidité dans la littérature [50, 65, 85], ce paragraphe introduit des gels à base de NCTO, avec la singularité d'être eux-mêmes plus sensibles à l'humidité et biodégradables.

3.2.1 Préparation et caractérisation physique de gels de NCTO et de PTMO

3.2.1.1 Préparation des gels de NCTO

Les solutions de NCTO sont produites à partir de la pâte Kraft sèche. Le procédé de préparation des gels de NCTO est présenté à la Figure 3-4.

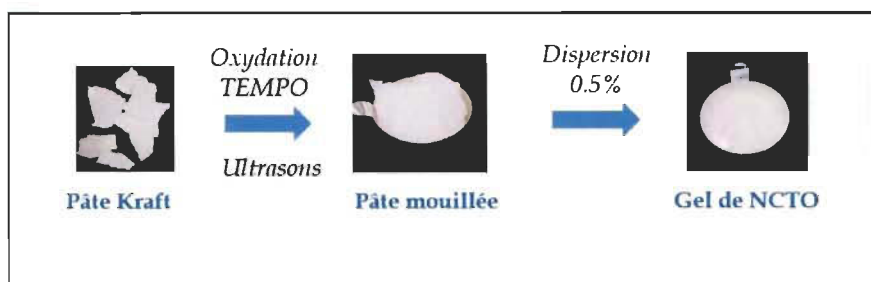


Figure 3-4 : Étapes de préparation du gel de NCTO

Au départ, une masse de 500 g de pâte Kraft sèche est diluée dans 15 l d'eau, afin d'obtenir une pâte humide. Par la suite, les réactifs suivants sont ajoutés selon les proportions précisées : 25 g d'aTEMPO, 62.5 g de NaBr, et 5 litres de NaOCl. L'ensemble est complété avec de l'eau pour former une solution de 40 litres, versée dans un sono-réacteur, pour y appliquer un traitement aux ultrasons (170 kHz). Ce traitement permet de réduire la quantité de réactifs utilisés tout en augmentant le nombre de groupements carboxyles présents à la surface des fibres de cellulose [86]. Les fibres oxydées ainsi obtenues sont dispersées à l'aide d'une centrifugeuse, permettant l'obtention de fibres nanométriques par un phénomène de défibrillation. Le gel est ensuite dilué dans l'eau à 0.5 %.

3.2.1.2 Préparation des gels de PTMO

La pâte thermomécanique est produite à partir du bois tendre. Contrairement à la pâte chimique, la pâte thermomécanique est produite par un simple traitement mécanique et de la vapeur d'eau. Les pâtes thermomécaniques primaire (PTM-I) et secondaire (PTM-II) ont été achetées à la papeterie Kruger. Les composés aTEMPO et NaBr ont été achetés chez Sigma Aldrich. L'hypochlorite NaOCl a été acheté chez BASF. La préparation du gel est réalisée selon la séquence présentée à la Figure 3-5 pour la PTMO-I.



Figure 3-5 : Étapes de préparation du gel de PTMO

Les PTM sont tout d'abord oxydées par réaction aTEMPO. Une masse de 30 g de PTM (primaire ou secondaire) a été oxydée avec 9.3 mmol/g de NaOCl, 1.83 mmol/g de NaBr et 0.30 mmol/g d'aTEMPO. Elles sont par la suite soumises à une dispersion mécanique. Les gels sont dès lors disponibles pour caractérisation, ou intégration dans des circuits à fonctionnaliser. La concentration finale est de 0.5%, tout comme les NCTO.

3.2.1.3 Caractérisation physique

Les gels de NCTO, PTMO et PTMO-I ont subi une caractérisation physique à l'effet de déterminer les dimensions des fibres, le taux de carboxyles et l'angle de contact. Les résultats sont présentés au Tableau 3-1. Tel qu'attendu, les fibres de PTMO ont des dimensions d'ordre millimétrique, variant de 0.1 mm à 4 mm aussi bien en longueur qu'en largeur. Les fibres de NCTO sont de taille nanométrique. Le taux de carboxyles de la PTMO-I à 1930 mmol/kg est supérieur à celui de la PTMO qui est de 1640 mmol/kg. Le taux de carboxyles de NCTO est de 1440 mmol/kg, comparable aux taux attendus après l'oxydation aTEMPO [81]. Étant inférieurs à 90°, les angles de contact confirment la mouillabilité des gels.

Tableau 3-1 : Matériaux diélectriques sensibles à base de cellulose aTEMPO oxydée

Matériaux	NCTO	PTMO-I	PTMO-II
Longueur des fibres (mm)	0.03 – 0.1	0.1 – 4	0.1 – 2
Largeur des fibres (mm)	0.0035 – 0.05	0.1 – 1	0.1 – 0.8
Taux de COO ⁻ (mmol/kg)	1440 ± 40	1640 ± 80	1930 ± 100
Angle de contact (°)	60 – 70	60 – 70	75 – 85
Composition	Cellulose	Cellulose, Hémicelluloses, Lignine	

3.2.2 Caractérisation micro-ondes des gels de NCTO et de PTMO

La caractérisation diélectrique des gels de NCTO et de PTMO a été réalisée par une méthode développée au sein de notre équipe de recherche et publiée [87].

3.2.2.1 Méthode de caractérisation

Les propriétés diélectriques des matériaux sont extraites de l'analyse des perturbations générées par leur insertion dans une cavité résonante. Cette technique appelée "méthode des perturbations" est appliquée à un résonateur en technologie de composants intégrés au substrat (ci-après désigné SIW, de l'anglais *Substrate Integrated Waveguide*), dont la structure est présentée à la Figure 3-6. Le résonateur est de longueur (L) et de largeur (W), avec une région ($\alpha \times \alpha$) perforée par (n) trous cylindriques de rayon (r) et de hauteur (h). La hauteur (h) correspond à l'épaisseur du substrat. La région perturbée est placée au centre du dispositif, où le champ électrique est maximal à la résonance comme le montre la Figure 3-6 b).

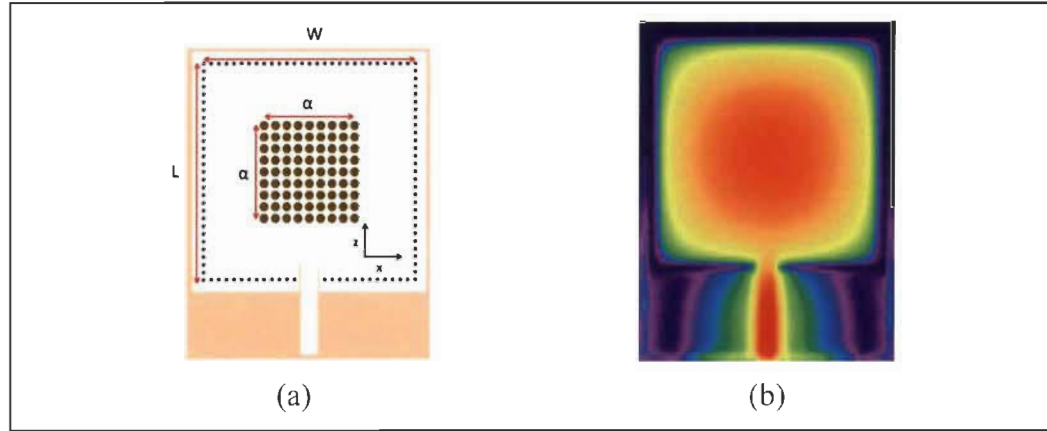


Figure 3-6 : Géométrie et dimensions du résonateur SIW pour la caractérisation (a) en l'absence de champ EM et (b) en présence de champ EM

Au départ, les trous du résonateur de la région perforée sont remplis d'air. La permittivité effective associée ($\epsilon_{eff,i}$) est calculée à partir de la formule de Bruggeman [88] :

$$(1 - \vartheta_1) \frac{\epsilon_{sub} - \epsilon_{eff,i}}{\epsilon_{sub} + \epsilon_{eff,i}} + \vartheta_1 \frac{1 - \epsilon_{eff,i}}{1 + \epsilon_{eff,i}} = 0 \quad (4.1)$$

Ici, ϵ_{sub} est la constante diélectrique du substrat et ϑ_1 est la fraction du volume de la région perforée occupée par les trous, donnée à l'équation (4.2).

$$\vartheta_1 = \frac{n \times \pi r^2}{\alpha^2} \quad (4.2)$$

Les trous sont ensuite remplis du matériau à caractériser. Connaissant respectivement la fréquence de résonance en absence et en présence du matériau, soient (f_0) et (f), la nouvelle permittivité effective ($\epsilon_{eff,p}$) est déterminée par la méthode des perturbations [73] :

$$\frac{f - f_0}{f_0} = - \frac{(\epsilon_{eff,p} - \epsilon_{eff,i})}{2 \times \epsilon_{eff,i}} \frac{\alpha^2}{W^2} \left[1 + \text{sinc} \left(\frac{\alpha\pi}{W} \right) \right]^2 \quad (4.3)$$

Par la suite, la permittivité du matériau (ε_{mat}) est extraite en appliquant de nouveau la formule de Bruggeman :

$$(1 - \vartheta_1) \frac{\varepsilon_{eff,i} - \varepsilon_{eff,p}}{\varepsilon_{eff,i} + \varepsilon_{eff,p}} + \vartheta_1 \frac{\varepsilon_{mat} - \varepsilon_{eff,p}}{\varepsilon_{mat} + \varepsilon_{eff,p}} = 0 \quad (4.4)$$

Nous avons rédigé un script Matlab implémentant cette méthode, qui a été utilisé pour obtenir les résultats de caractérisation.

3.2.2.2 Conception et fabrication du circuit de caractérisation

Le substrat Duroid 5880 présenté au Tableau 2-1 a été choisi pour la fabrication des résonateurs de caractérisation. Son absorption d'eau testée à 0.02% après 48h par le fabricant, suffisamment faible pour le considérer comme insensible à l'humidité dans nos conditions de test [71]. Les résonateurs ont été fabriqués au département de génie électrique et de génie informatique de l'UQTR (GÉGI) par usinage du substrat choisi à la machine Protomat S103 de LPKF. Les dimensions sont données au Tableau 3-2. Les exemplaires réalisés pour la caractérisation les matériaux NCTO, PTMO et PTMO-I sont présentés à la Figure 3-7, une fois remplis des matériaux.

Tableau 3-2 : Dimensions des résonateurs SIW pour la caractérisation

$W = L$	n	α	r	ϑ_1	ϑ_2
45	9×9	13	0.6	0.526	0.088

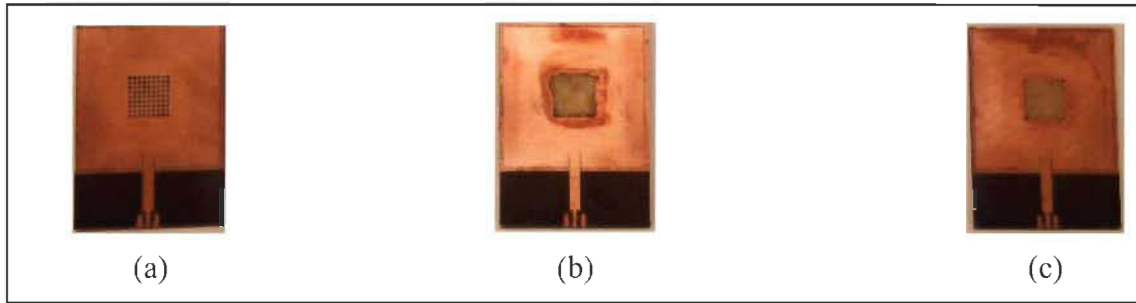


Figure 3-7 : Circuits de caractérisation des matériaux en fonction de l'humidité (a) NCTO, (b) PTMO et (c) PTMO-II.

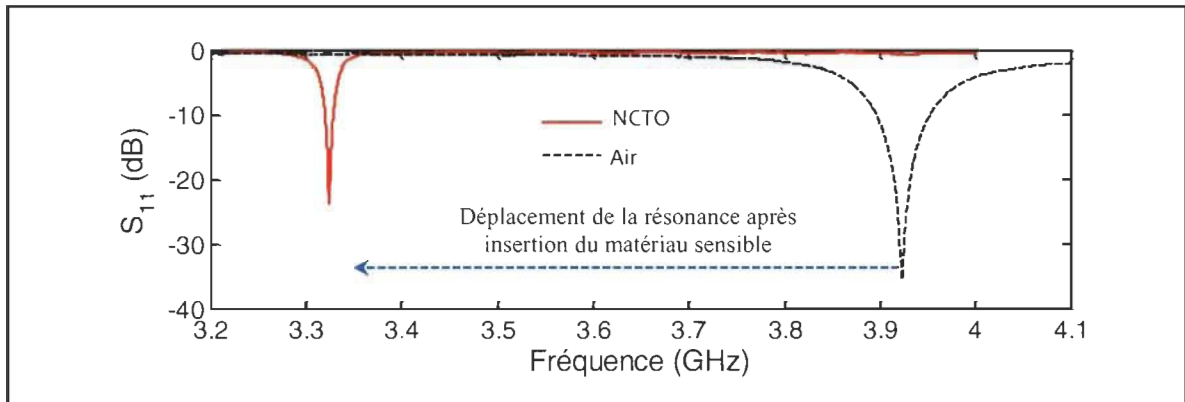


Figure 3-8 : Variation de la fréquence de résonance après ajout du matériau NCTO

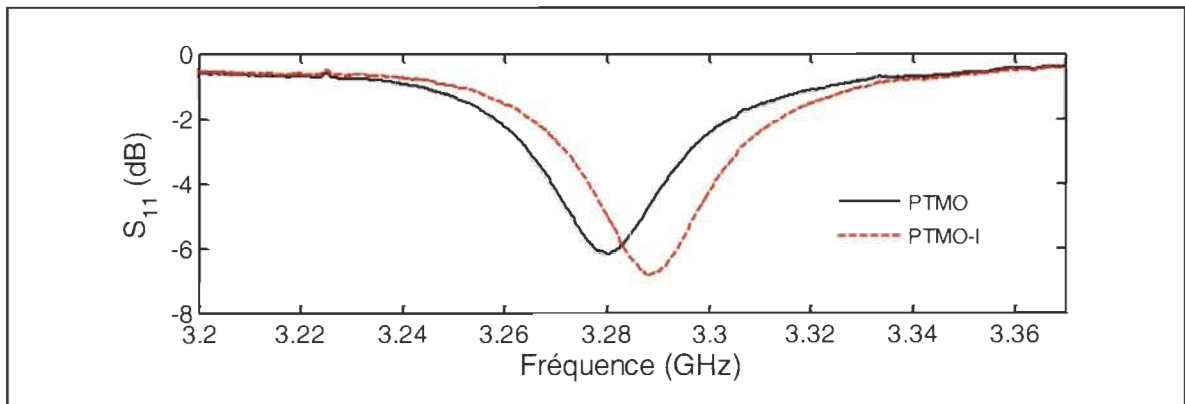


Figure 3-9 : Fréquence de résonance après ajout des matériaux PTMO-I et PTMO-II

La fréquence de résonance du résonateur SIW à l'air libre est initialement mesurée à 3.923 GHz. L'insertion des matériaux diélectriques provoque un décalage de la fréquence de résonance vers la gauche (diminution), en fonction de la permittivité du matériau, tel

qu'illustré à la Figure 3-8. L'incorporation du matériau de permittivité supérieure à celle de l'air augmente la permittivité effective du circuit, avec pour corollaire la diminution de la fréquence de résonance. Celle-ci passe à 3.324 GHz avec l'intégration du NCTO (Figure 3-8), 3.289 GHz avec celle de la PTMO et 3.290 GHz avec celle de la PTMO-I (Figure 3-9). Dans le cas du matériau NCTO, le pic de la courbe reste clair, avec un module de -23.22 dB. À l'observation, le facteur de qualité se dégrade avec l'insertion de PTMO ou de la PTMO-I. Les paramètres S_{11} tombent respectivement à -6.744 dB et -6.098 dB. Les pertes beaucoup plus élevées avec les PTMO sans toutefois compromettre la mesure.

3.2.3 Caractérisation des gels de NCTO et PTMO sous humidité variable

Tous les résonateurs contenant les gels ont ensuite été soumis à un environnement à humidité variable, pour extraire la variation des propriétés diélectriques avec l'humidité, et valider leur utilisation comme matériau sensible.

3.2.3.1 Banc de test sous humidité variable

Le banc de test présenté à la Figure 3-10. Il s'agit d'un banc unique de par sa capacité à générer des niveaux d'humidité contrôlés sur la plage 0 %RH – 100 %RH, et son aptitude à pouvoir mélanger jusqu'à quatre (4) gaz dans des proportions et des débits différents. Le synoptique de fonctionnement est présenté à la Figure 3-11. Le banc de test comprend un réservoir d'eau, une bonbonne d'azote utilisé comme gaz porteur, une chambre de mixage de gaz et une chambre de test. Au départ, le circuit à tester est placé dans la chambre de test, connecté à un analyseur de réseaux au moyen de câbles, adaptateurs et sorties appropriés.

Les paramètres S peuvent ainsi être mesurés en tout temps et pour différentes teneurs de la chambre de test en humidité.



Figure 3-10 : Photo du banc de test d'humidité

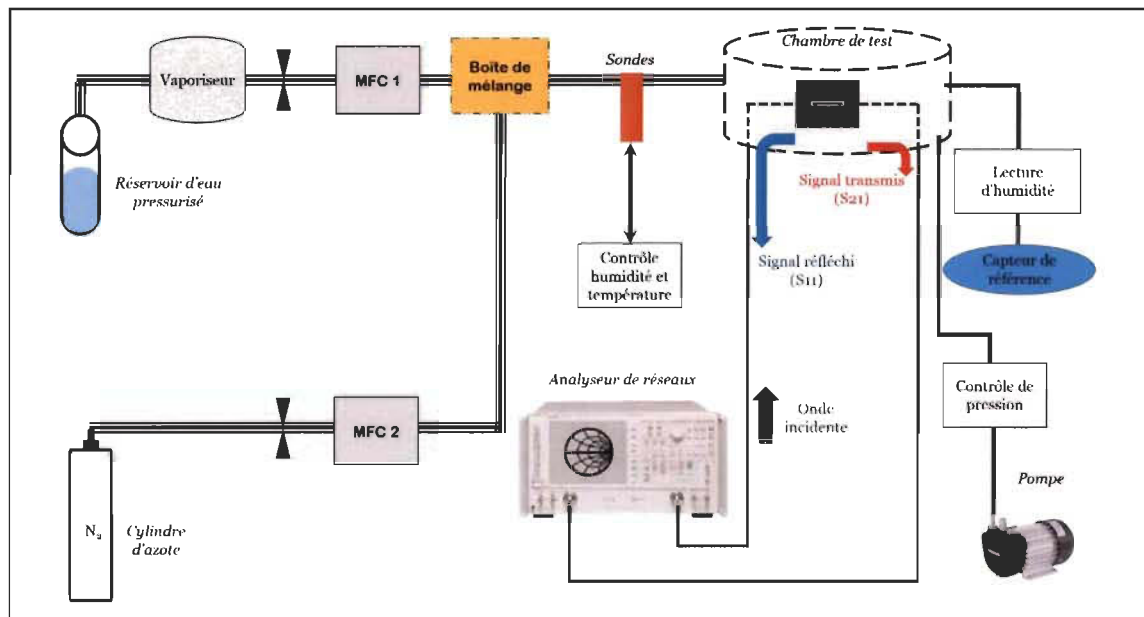


Figure 3-11 : Synoptique du banc de test d'humidité

La vapeur d'eau est créée par vaporisation de l'eau contenue dans un réservoir pressurisé à 160 °C. Elle est ensuite dirigée vers une chambre de mixage où elle est diluée à de l'azote. La composition définitive du gaz à acheminer vers la chambre de test est fixée en ajustant les

proportions relatives d'azote et d'humidité. Elles sont mesurées par les contrôleurs MFC1 et MFC2 respectivement. Une interface utilisateur permet de régler les débits et les proportions.

L'humidité ainsi générée est envoyée dans la chambre de test, où un capteur de référence préalablement introduit en affiche la valeur instantanée. Il s'agit du capteur HIH4000 de Honeywell. La stabilité en température et en humidité est assurée par une boucle de contrôle. La pression est contrôlée grâce à une pompe. Un délai de cinq (5) minutes a été respecté entre les mesures dans l'objectif de respecter d'une part le temps de stabilisation dans la chambre de test qui est de trois (3) minutes, et d'autre part, de permettre l'absorption de l'humidité par le matériau sensible. Pendant la caractérisation, la pression est maintenue constante à 14.7 psi et la température à 30 °C. Le profil de variation d'humidité est donné à la Figure 3-12.

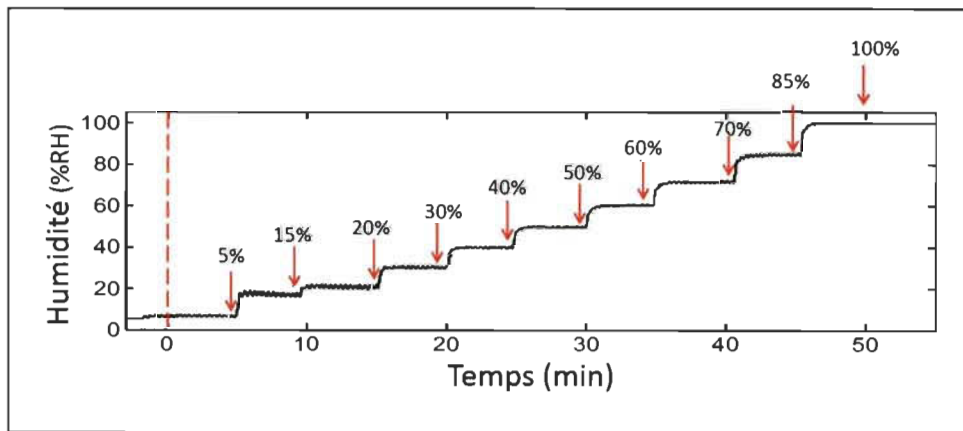


Figure 3-12 : Évolution de l'humidité durant le test

3.2.3.2 Résultats de caractérisation à humidité variable

Les résultats de caractérisation sous humidité variable sont présentés à la Figure 3-13 pour la permittivité relative du NCTO, et à la Figure 3-14 pour les permittivités relatives de

la PTMO et de la PTMO-I. D'après la Figure 3-13 et la Figure 3-14, le seuil de sensibilité des gels de NCTO, PTMO et PTMO-I est d'environ 20 %RH. La variation totale de permittivité relative est de 5.694 à 5.781 entre 0 %RH et 100 %RH pour la NCTO, représentant une variation relative de 1.5 %. Elle se décline en une variation modérée entre 35% et 49 %RH, et une variation plus importante à partir de 49 %RH. Entre 49 %RH et 82 %RH, la sensibilité du NCTO s'accroît suivant une pente linéaire de 0.012/%RH ($R^2 = 0.9932$). Ce résultat valide la sensibilité du NCTO à l'humidité.

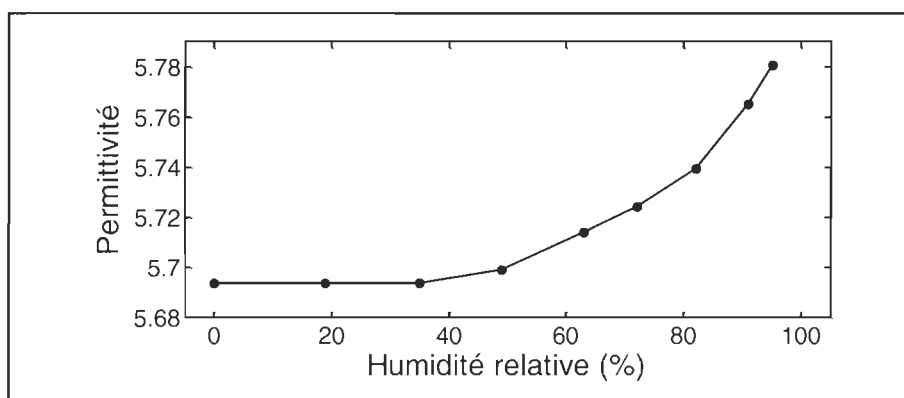


Figure 3-13 : Variation de la permittivité de NCTO avec l'humidité

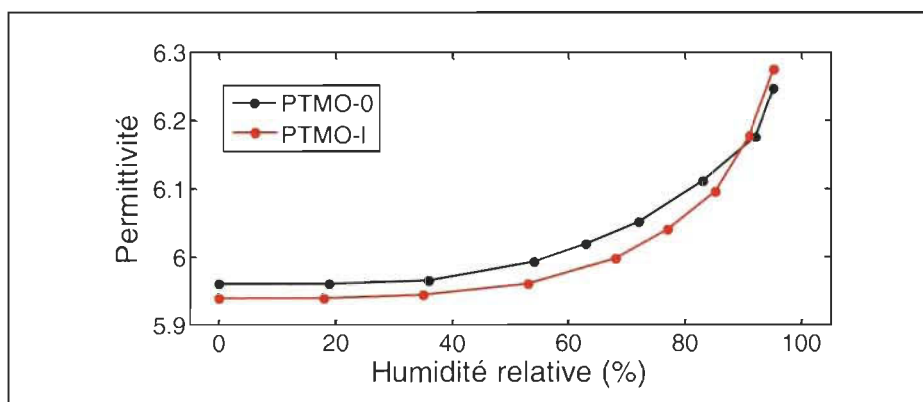


Figure 3-14 : Variation de la permittivité de PTMO-I et PTMO-II avec l'humidité

Les allures des courbes de la Figure 3-14 valident la sensibilité de la PTMO et de la PTMO-I par une variation de la constante diélectrique en fonction de l'humidité, avec cependant une croissance polynomiale. L'évolution la plus importante est obtenue avec la PTMO-I, dont la variation est de 5.23 % entre 53 %RH et 95 %RH. La sensibilité de la PTMO est moins importante et se situe autour de 4.59 % entre 36 %RH et 95 %RH. Ce résultat peut s'expliquer par la teneur des composés en groupements carboxyles. La PTMO-I en contenant plus, son caractère hydrophile est d'avantage prononcé. Globalement, les courbes à la Figure 3-13 et à la Figure 3-14 annoncent une accentuation de la sensibilité de tous les gels étudiés à partir de 50 %RH.

3.2.4 Conclusion partielle

Les résultats obtenus à la présente section 3.2 valident la sensibilité à l'humidité des gels de NCTO, PTMO et PTMO-I. Les gels à base de NCTO possèdent cependant des pertes beaucoup plus faibles et peuvent être utilisées comme des matrices pour intégrer des matériaux sensibles aux structures micro-ondes. La PTMO-I, deux fois raffinée avant l'oxydation aTEMPO, possède une meilleure sensibilité et moins de pertes que la PTMO qui est une fois raffinée. Pour ces raisons, la PTM-II sera utilisée pour les travaux ultérieurs sur la sensibilité des pâtes thermomécaniques aTEMPO oxydées dans cette thèse.

3.3 Préparation et caractérisation de feuilles à base de NCTO et NCTO/PVOH

Lorsque les conditions le permettent, les gels peuvent être préparés suffisamment épais pour former des feuilles. D'après la section 2.2 sur les approches de fonctionnalisation, elles

mettent à contribution d'autres principes de détection sous cette forme, et présentent un intérêt de recherche. La préparation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH est détaillée dans ce paragraphe. Hormis leur réponse en humidité, deux paramètres pouvant influencer leur performance et orienter la fabrication de matériaux sensibles performants sont étudiés : la teneur en fibres oxydées pour les feuilles pures de NCTO, et la proportion de composite dans un composé tel que NCTO/PVOH. Ainsi, des feuilles de différents teneurs en NCTO ont été fabriquées pour évaluer le premier paramètre. De même, l'effet du PVOH a été évalué avec des feuilles ayant une proportion croissante de PVOH.

3.3.1 Préparation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH

Le procédé de fabrication des feuilles sensibles de NCTO et de NCTO /PVOH est présenté à la Figure 3-15.

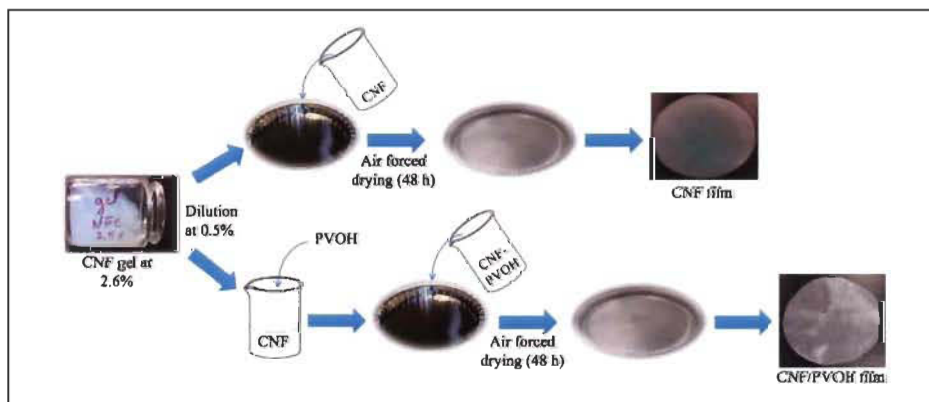


Figure 3-15 : Préparation des feuilles de NCTO et NCTO/PVOH

Tout part d'un gel de NCTO oxydé à 2.6 %, dilué dans l'eau à 0.5 % pour diminuer la viscosité et favoriser la formation de films uniformément plats. Différents volumes de cette solution ont été versés dans des coupelles de 7.8 cm de diamètre, et séchés par flux d'air forcé

pendant 48 h. Les feuilles NCTO-1, NCTO-2 et NCTO-3 aux volumes respectifs initiaux de 40 ml, 60 ml et 80 ml sont alors retirées des coupelles, et prêtes à être utilisées pour la détection d'humidité. La préparation d'une feuille de composite NCTO/PVOH requiert l'étape supplémentaire d'ajout de PVOH. Comme le montre la Figure 3-15, cette opération est effectuée avant le séchage. La composition massique finale de la solution dépend de la quantité de PVOH rajoutée. Des solutions de PVOH à 2 wt%, 4 wt% et 10 wt% ont été mélangées à une solution de 70 ml de NCTO pour préparer des feuilles de NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3 respectivement. Les solutions ont été mélangées pendant 1 h à température ambiante avant le séchage, pour permettre un bon mélange des deux (2) composés. Les feuilles composites de NCTO/PVOH sont également retirées après un séchage par un flux d'air pendant 48 h, et prêtes à être utilisées pour la détection

3.3.2 *Caractérisation des feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH*

3.3.2.1 Caractérisation physique

La caractérisation physique des feuilles sensibles comprend l'analyse de la morphologie, ainsi que la mesure du grammage, de l'épaisseur et de l'angle de contact de chaque feuille sensible. Le grammage permet d'évaluer la densité de NCTO et de NCTO/PVOH par unité de surface. Il a été mesuré suite au pesage d'au moins dix (10) échantillons par feuille, avec une précision de ± 0.001 g. L'épaisseur a été déterminée par l'observation de la section efficace de chaque feuille au microscope électronique à balayage (MEB) SEM JEOL-JSM 5500. Le traitement de l'image s'est fait à l'aide du logiciel ImageJ®. Les images du MEB ont également permis l'étude de la morphologie des feuilles. Pour finir, les angles de contact

ont été mesurés grâce à l'appareil OCA20 de Dataphysics afin d'évaluer la mouillabilité des feuilles. Au moins cinq (5) gouttes d'eau ont été déposées sur chaque échantillon pour faire cette mesure. Les résultats de toutes les caractérisations physiques sont donnés au Tableau 3-3. De façon logique, le grammage des feuilles de NCTO augmente avec le volume de NCTO initial. Il en est de même pour les feuilles aux composites de NCTO/PVOH, dont le grammage augmente de manière proportionnelle au volume de PVOH rajouté. Une valeur de grammage plus élevée correspond à une densité de matière plus élevée, laissant présupposer une sensibilité plus grande pour les feuilles de plus haut grammage dans le cas de NCTO.

Tableau 3-3 : Résultats de la caractérisation physique des échantillons

	NCTO - PVOH (% - %)	GRAMMAGE (g/m^2)	ÉPAISSEUR (μm)	ANGLE DE CONTACT ($^\circ$)
NCTO 1	100 – 0	37.7 ± 1.0	22.6 ± 1.9	65.3 ± 4.6
NCTO 2	100 – 0	55.5 ± 1.5	30.3 ± 2.1	66.3 ± 5.6
NCTO 3	100 – 0	70.9 ± 0.9	36.2 ± 1.6	67.4 ± 5.0
NCTO /PVOH-1	98 – 02	68.4 ± 0.6	49.7 ± 3.8	64.0 ± 5.8
NCTO /PVOH-2	96 – 04	87.0 ± 2.6	53.0 ± 1.2	59.7 ± 1.8
NCTO /PVOH-3	90 – 10	132.6 ± 6.7	60.2 ± 1.4	56.9 ± 3.0

Par ailleurs, l'épaisseur des feuilles augmente avec le grammage des feuilles. Un échantillon comme le NCTO-1 paraîtra donc plus mince et plus flexible qu'un échantillon comme le NCTO-3 qui paraîtra plus rigide et plus résistant. Des limitations à l'épaississement des films ont cependant été constatées. D'une part l'agglomération des molécules de NCTO avec la densité génère des aspérités qui compromettent l'uniformité et la planéité des films après séchage. D'autre part, même si elle augmente la solidité mécanique de la feuille, l'insertion de PVOH s'accompagne de la formation de bulles de plus en plus volumineuses créant des espaces vides à travers la feuille. Ainsi, la proportion des matériaux NCTO et

PVOH est limitée par un compromis entre la concentration et l'homogénéité de la feuille. En pratique, il devient difficile d'avoir des feuilles uniformément planes au-delà du grammage de NCTO-3 (70.9 g/m^2) et des proportions relatives de NCTO/PVOH-3 (90%-10%). L'angle de contact augmente avec la densité des films de NCTO, traduisant une mouillabilité plus faible à mesure que sa proportion augmente. Il diminue par contre avec l'augmentation du PVOH. Pour expliquer cette observation, nous avons formulé certaines hypothèses partant de l'analyse des images au microscope électronique à balayage (MEB) à la Figure 3-16.

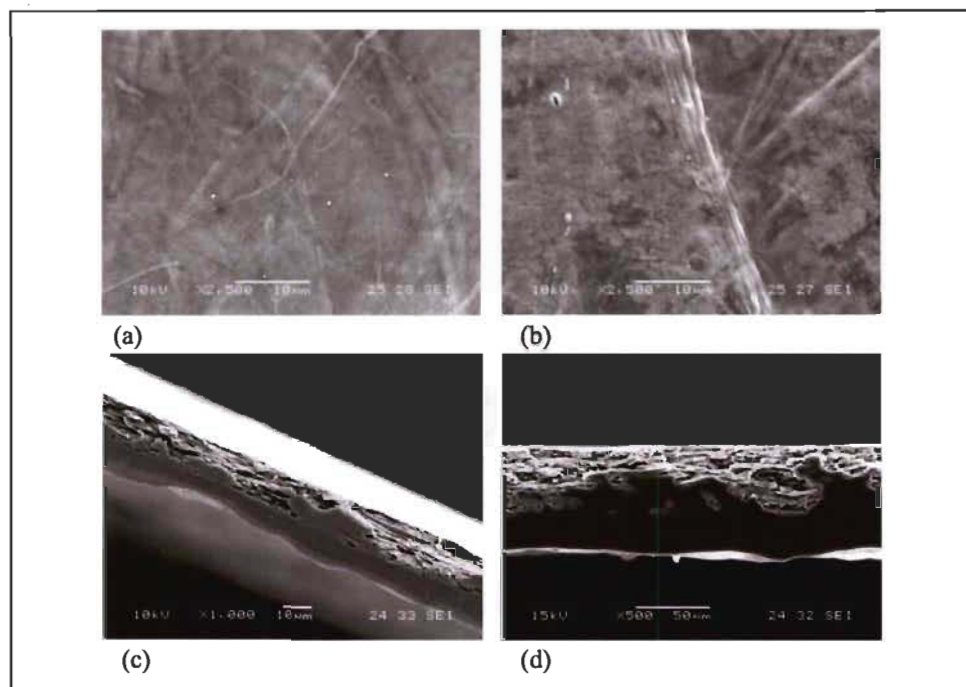


Figure 3-16 : Images des échantillons au MEB (a) vue de dessus NCTO3 ; (b) vue de dessus du NCTO/PVOH-3 ; (c) vue transversale du NCTO3 et (d) vue transversale du NCTO/PVOH-3

Les images au MEB révèlent la présence de microfibrilles de cellulose à l'intérieur du réseau de nano-fibrilles (Figure 3-16). Pendant le séchage, ces microfibrilles, plus lourdes, se déposent au fond de la coupelle tandis que les fibres nanométriques, moins lourdes restent

au-dessus. Les feuilles se stratifient en un réseau de microfibrilles surmonté d'un réseau de nanofibrilles. Cet agencement indique à lui seul la séquence d'interaction de la feuille avec les molécules d'eau : les nanofibrilles absorbent les molécules d'eau qui par la suite diffusent à travers le réseau pour atteindre les microfibrilles. L'angle de contact dépend alors de la capacité du réseau de nanofibrilles à capter les molécules d'eau, et de sa perméabilité à favoriser la diffusion de ces molécules vers le réseau de microfibrilles. Dans le cas du NCTO, la finesse des fibres augmente l'herméticité du réseau fibrillaire. L'angle de contact augmente avec la proportion de NCTO. De son côté, durant son incorporation, le PVOH occupe les espaces libres du réseau de NCTO. La structure se referme d'avantage et son herméticité augmente comme le montre la comparaison entre la Figure 3-16 c) et la Figure 3-16 d). La diffusion de l'eau à travers le réseau de fibres est considérablement ralentie, mais l'angle de contact diminue en raison de la forte polarité du PVOH.

3.3.2.2 Spectroscopie par transformée de Fourier dans l'infra-rouge

La spectroscopie infra-rouge a été réalisée pour déterminer la composition atomique des échantillons, identifier les différents groupements et les liaisons présentes dans les feuilles sensibles. Le spectre infra-rouge dans la plage $4000 - 600 \text{ cm}^{-1}$ a été généré par l'appareil de spectrométrie Nicolet IS10 FT-IR (Thermo Scientific), avec une résolution de 4 cm^{-1} . 16 images étaient prises à chaque point. Les feuilles ont été divisées en plusieurs portions dont cinq (5) ont été utilisées pour cette analyse. La Figure 3-17 montre le spectrogramme infra-rouge obtenu pour (a) le matériau NCTO seul, (b) le composite NCTO/PVOH et (c) le matériau PVOH seul. L'interprétation du spectrogramme se fait à l'aide des tables de transformée de Fourier. Pour la feuille de PVOH pur, les pics observés à 2930 cm^{-1} , 1080

cm^{-1} et $1\,700\,cm^{-1}$ sont respectivement attribués au groupe CH_2 , aux groupes polyvinyliques terminaux et au groupement carbonyle ($C=O$).

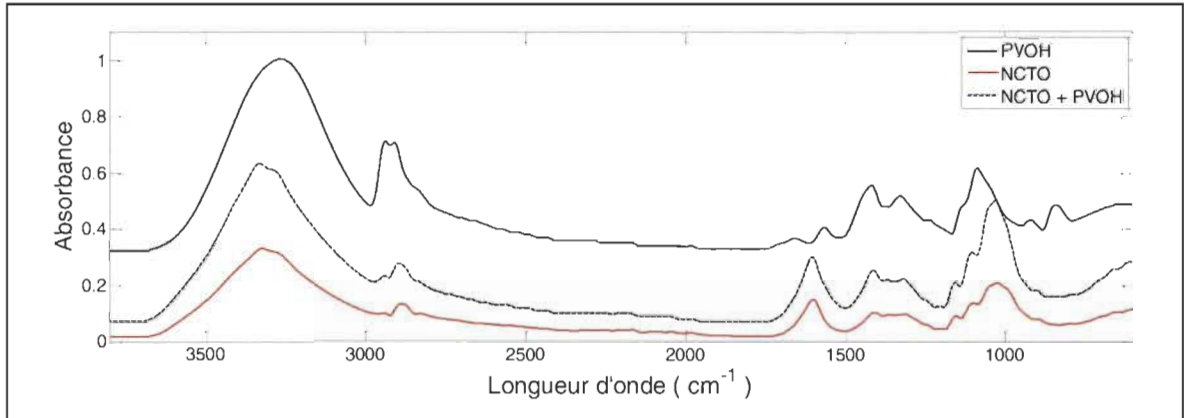


Figure 3-17 : Spectrogrammes infra rouge du NCTO, NCTO/PVO et PVOH

Pour la feuille de NCTO, le pic à $2\,895\,cm^{-1}$ révèle la présence de groupes C-H et de liaison C-C, tandis que le pic à $1\,600\,cm^{-1}$ révèle celle d'une fonction C – O. Les pics à $1\,045\,cm^{-1}$ et $1\,033\,cm^{-1}$ proviennent des vibrations du C – O et du O – C – O. Les pics observés dans la bande $1\,380 - 1\,310\,cm^{-1}$ sont attribués au groupement COO^- ou à la déformation du groupement aliphatique C-H. Les pics à $3\,270\,cm^{-1}$ et à $1\,335\,cm^{-1}$ pour le PVOH ainsi que ceux à $3\,330\,cm^{-1}$ et $1\,340\,cm^{-1}$ pour le NCTO révèlent la présence de groupement OH. Le spectrogramme du composite NCTO/PVOH est très proche de celui du NCTO. Les plus pertinents au sens de la fonctionnalisation pour la détection d'humidité sont ceux démontrant la présence de groupements carboxyles et celle de groupements hydroxydes.

3.3.2.3 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée pour évaluer la tenue en température des feuilles. L'appareil utilisé est le thermo-analyseur Perkin-Elmer de Pyris Diamond. Les échantillons sont placés dans une enceinte chauffée de 50 °C à 600 °C sous azote avec un taux de 5 °C/min.

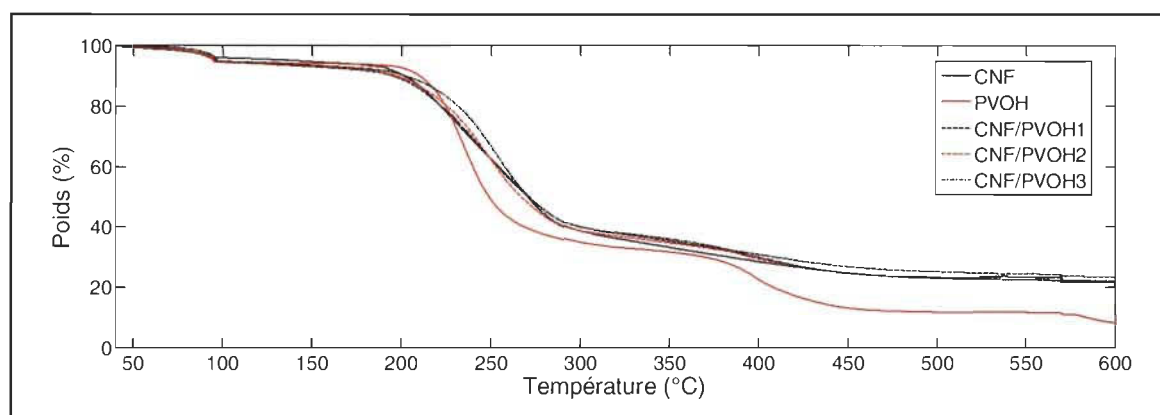


Figure 3-18 : Graphe de l'analyse thermogravimétrique du NCTO, du PVOH et des composites NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3

L'allure globale des spectres est semblable jusqu'à 350 °C pour tous les échantillons. Une différence notable est observée par la suite avec le spectrogramme du PVOH. Cette différence peut s'expliquer par la présence de chaînes secondaires dans le PVOH, qui tendent à avoir du carbone à plus haute température. Il est alors oxydé sous forme de gaz carbonique. Pour tous les échantillons, l'élimination de l'humidité résiduelle intervient autour de 90 °C. Par la suite, le poids des feuilles est relativement stable jusqu'à 180 °C. La plus importante perte de masse intervient entre 190 °C et 450 °C où tous les échantillons perdent environ 70 – 80 wt%.

3.3.3 Conclusion partielle

À la suite des gels de NCTO et de NCTO/PVOH, les feuilles formées des mêmes matériaux ont été étudiées. Les différents tests de caractérisation ont permis d'effectuer une analyse détaillée, explicitant le lien entre les propriétés des feuilles et leurs mécanismes d'interaction avec l'humidité. Par ailleurs, l'influence du grammage de NCTO et de la proportion de PVOH ont également été étudiées. Il s'agit de la première étape d'une investigation paramétrique dont la finalité est de dégager des tendances destinées à l'industrie des matériaux sensibles, à l'effet de fabriquer des matériaux biodégradables, sensibles à l'humidité et opérant aux fréquences micro-ondes.

3.4 Préparation et caractérisation de feuilles à base de PTMO

Cette section vient clore la caractérisation de feuilles à base de cellulose pour la détection d'humidité dans cette thèse. Elle démontre une option concrète de valorisation de la biomasse lignocellulosique à travers la pâte thermomécanique (PTM), très utilisée dans l'industrie papetière Québécoise, notamment à titre de papier journal. La PTM est plus facilement accessible que la pâte Kraft et moins chère à produire. Elle est utilisée dans sa version PTM-II deux fois raffinée, pour les raisons évoquées à la conclusion partielle 3.2.4. Le premier objectif de cette section est de démontrer la sensibilité de la PTM-II aTEMPO oxydée à l'humidité : PTMO-I lorsque faiblement oxydée et PTMO-II lorsque fortement oxydée. Afin d'élargir l'analyse des paramètres influençant les performances de matériaux sensibles, le deuxième objectif est d'étudier l'effet de l'oxydation sur les feuilles de PTM-II, et leurs performances une fois oxydées.

3.4.1 Préparation des feuilles de PTM et PTMO

Le procédé applicable à la préparation des feuilles de PTM et de PTMO est présenté à la Figure 3-19.

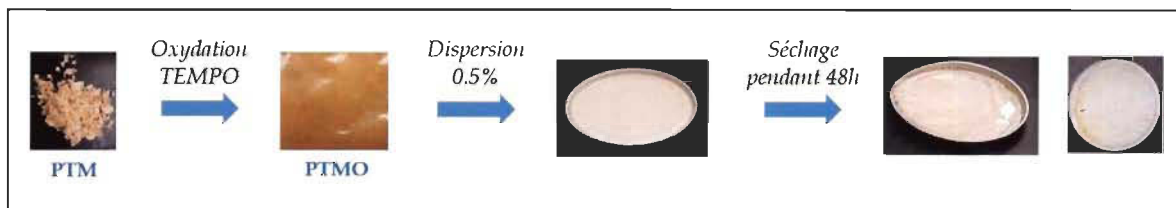


Figure 3-19 : Étapes de préparation de la feuille de PTMO

L'oxydation aTEMPO est réalisée sur la PTM selon deux (2) niveaux d'oxydation dépendamment de la quantité des réactifs : faible oxydation donnant lieu à PTMO-I, et forte oxydation donnant lieu à la PTMO-II. Les quantités de réactifs pour la préparation des PTMO sont présentées au Tableau 3-4. Elles sont d'environ le double pour la préparation de PTMO-II comparée à la préparation de PTMO-I (co-oxydants et réactif principal), pour un temps d'injection identique.

Tableau 3-4 : Quantités des réactifs pour l'oxydation de la PTM

	TEMPO	NaBr	NaOCl	Temps d'injection
PTMO-I	1.920 g	4.630 g	164 ml	30 min
PTMO-II	3.667 g	8.844 g	424 ml	30 min
PTMO-II/PTMO-I	1.91	1.91	2.58	1

Les pâtes sont ensuite mélangées par dispersion et déposées dans des coupelles de 7.8 cm de diamètre. Elles sont finalement séchées pur à un flux d'air forcé pendant 48 heures, pour enfin obtenir les films oxydés. La PTM est produite en suivant toutes les étapes susmentionnées, à l'exception de celles liées à l'oxydation aTEMPO. Au terme de la fabrication, les feuilles de PTM et de PTMO se présentent tel que capturé à la Figure 3-20.

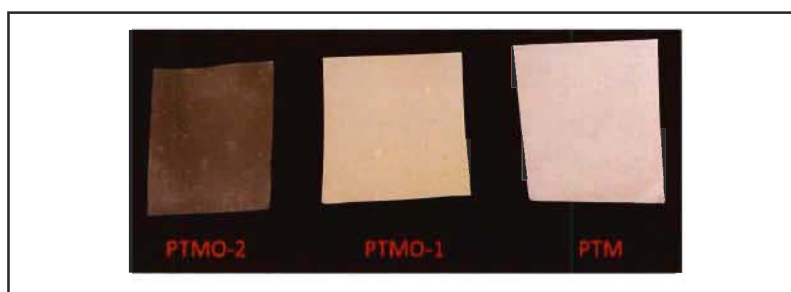


Figure 3-20 : Films de PTM et de PTMO après fabrication

La feuille de PTMO-I est d'un aspect plus jaunâtre et plus opaque que la feuille PTMO-II. De l'analyse de nos collaborateurs, les fibres se raffinent avec les traitements, aussi bien lors de l'oxydation TEMPO que lors de la dispersion. Les feuilles oxydées paraissent d'autant plus transparentes que les fibres sont raffinées. La feuille de PTMO-II apparaît ainsi plus transparente que la feuille PTMO-I, de même que cette dernière le paraît plus comparée à la feuille de PTM initiale. La couleur brune-jaunâtre des feuilles s'expliquerait par la présence de lignine, qui tend à disparaître avec l'utilisation d'hypochlorite de sodium ayant des propriétés blanchissantes. L'hypochlorite étant en quantité moins abondante dans la fabrication de PTMO-I, cette feuille possède une couleur plus jaunâtre.

3.4.2 Caractérisation des feuilles de PTM-II, PTMO-I et PTMO-II

De manière identique aux feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH, la caractérisation des feuilles de PTM oxydées et non oxydées se fait en trois étapes : la caractérisation physique, la spectroscopie par transformée de Fourier, et l'analyse thermogravimétrique.

3.4.2.1 Caractérisation physique

La caractérisation physique des feuilles de PTM et de PTMO comprend l'analyse de la morphologie, du taux de carboxyles, de l'épaisseur et de l'angle de contact effectuées selon les conditions de la section 3.3.2.1. Les résultats sont donnés au

Tableau 3-5.

Tableau 3-5 : Caractéristiques physiques des échantillons de PTM

	Taux de carboxyles (mmol/kg)	Épaisseur (mm)	Angle de contact (°)
PTM-II	80	0.30 ± 0.030	104.9 ± 5.5
PTMO-I	1164	0.10 ± 0.010	61.7 ± 4.20
PTMO-II	2233	0.05 ± 0.007	45.1 ± 2.10

D'après le

Tableau 3-5, l'épaisseur des feuilles diminue avec le degré d'oxydation. En effet, le procédé d'oxydation fragmente et raccourcit les fibres, en plus de provoquer une perte de matière durant les réactions chimiques. Parallèlement, le taux de carboxyles augmente considérablement entre la feuille non oxydée de PTM-II, et les feuilles oxydées de PTMO-I

et PTMO-II. Partant initialement d'un taux de carboxyles à 80 mmol/kg, la feuille de PTMO-I est oxydée à 1164 mmol/kg contre 2233 mmol/kg pour la feuille de PTMO-II. Ce résultat s'explique par la quantité de réactifs lors de l'oxydation, détaillée au Tableau 3-4, qui est pratiquement le double dans le cas de PTMO-II comparativement au cas de PTMO-I. Par ailleurs, l'angle de contact diminue de façon nette avec le degré d'oxydation. En effet, le caractère hydrophile des feuilles de PTM est renforcé par la quantité d'ions carboxyles apportés par l'oxydation. Les images du MEB à la Figure 3-21.

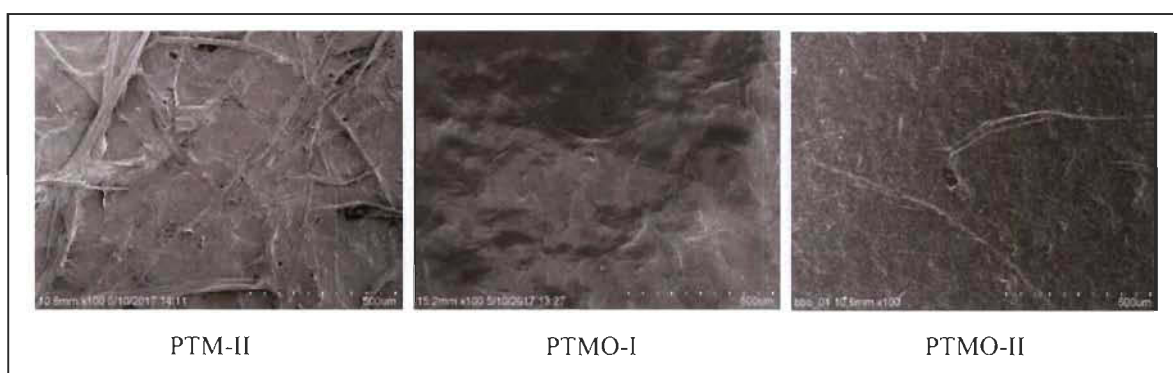


Figure 3-21 : Images des échantillons au MEB de la TMP, TMPO-I et TMPO-II

Les images au MEB montrent clairement que la taille des fibres diminue avec l'oxydation aTEMPO entre PTM-II et PTMO-I, ainsi qu'entre PTM-II et PTMO-II. Le réseau fibrillaire en surface est de plus en plus poreux, favorisant l'absorption de l'eau. L'angle de contact diminue. D'après le

Tableau 3-5, il est de 104.9° pour PTM-II, 61.7° pour PTMO-I, et de 45.1° pour PTMO-II. L'effet de la quantité des réactifs est ainsi perceptible entre PTMO-I et PTMO-II. Le fort taux de carboxyles présents en surface permet une meilleure séparation des fibres par répulsion entre les carboxyles chargés négativement. Cette répulsion favorise une meilleure

défibrillation des fibres par centrifugation, avec au final des fibres aux dimensions nanométriques. Les fibres étant plus fines, le film est moins épais et l'oxydation est plus importante. Au final, les feuilles de PTMO-II sont plus sensibles et plus fines.

3.4.2.2 Spectroscopie par transformée de Fourier dans l'infra-rouge

La spectroscopie infra-rouge des feuilles de PTM et de PTMO a été réalisée dans les mêmes conditions qu'à la section 3.2.2.2. Le spectrogramme est cohérent avec celui de la référence [89], qui traite du même matériau. Il est présenté à la Figure 3-22.

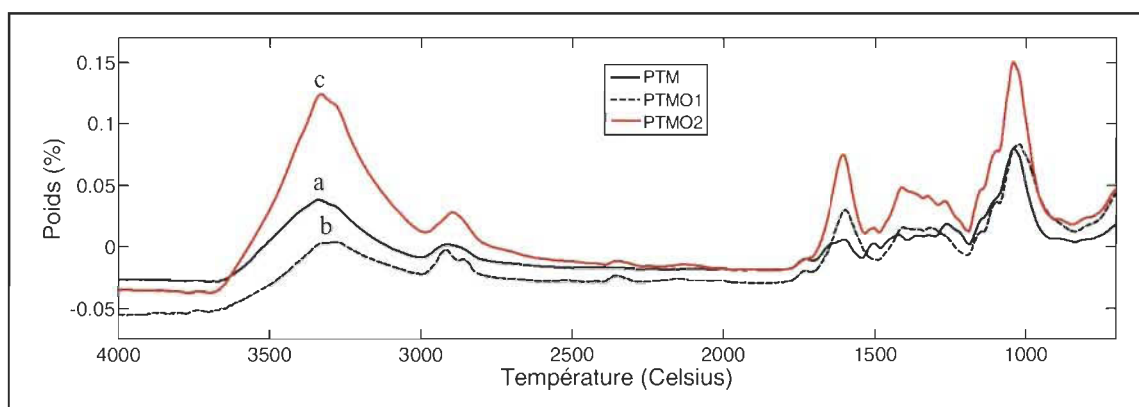


Figure 3-22 : Spectrogramme infra rouge (a) PTM ; (b) PTMO-I ; (c) PTMO-II

Le pic autour de la plage $3\,600 - 3\,100\text{ cm}^{-1}$ révèle la présence d'ions hydroxydes (OH). La plage caractéristique des liaisons (C=O) est localisée entre $1\,750\text{ cm}^{-1}$ et $1\,700\text{ cm}^{-1}$. Le pic entre $1\,150$ et $1\,000\text{ cm}^{-1}$ révèle une liaison C – O. Les pics observés sur la plage $1\,450 - 1\,300\text{ cm}^{-1}$, $1\,150 - 1\,050\text{ cm}^{-1}$ et $1\,650 - 1\,600\text{ cm}^{-1}$ révèlent respectivement des liaisons C – H, C – C et C = C. Toutes ces liaisons sont caractéristiques des groupements carboxyles. De manière générale, les trois (3) spectres sont semblables. Par ailleurs, l'oxydation chimique ne modifie pas la chimie de surface de la pâte. Bien que des

groupements COOH soient rajoutés avec l'oxydation, il n'y a pas de différence notable entre les deux spectres étant donné qu'une partie était déjà présente avant l'oxydation.

3.4.2.3 Analyse thermogravimétrique

L'analyse thermogravimétrique a été réalisée pour les feuilles de PTM, PTMO-I et PTMO-II dans les mêmes conditions qu'à la section 3.3.2.3. Les résultats sont présentés à la Figure 3-23.

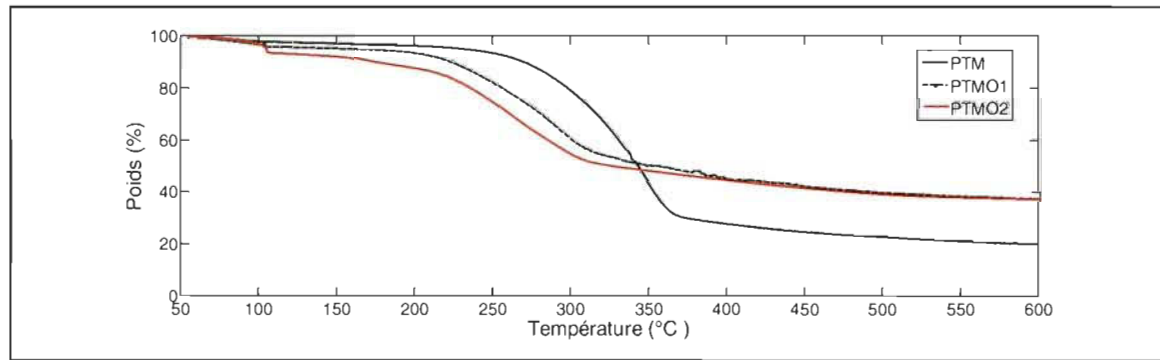


Figure 3-23 : Analyse thermogravimétrique des feuilles de PTM, PTMO-I et PTMO-II

La perte de masse des feuilles de PTM est de 2.8 % à 105 °C. Elle est attribuable à la perte de l'humidité résiduelle dans la feuille. Une décomposition caractéristique de la chaîne principale de cellulose intervient sur la plage 215.4 – 370.1 °C, où la perte de masse passe de 4.29 % à 69.28 %. Les décompositions des feuilles oxydées de PTMO sont semblables. La perte de masse est de 3.92 % pour PTMO-I et 3.27 % pour PTMO-II à 105 °C. Dans l'éventualité d'une impression, ce résultat indique qu'une température de frittage de 100 °C serait acceptable. Les deux feuilles subissent ensuite la décomposition de la chaîne de cellulose, mais à une température plus faible que la PTM-II. Cet écart peut s'expliquer par

les dimensions des fibres, plus grandes dans le cas de la PTM-II, qui est non oxydée. Cette décomposition intervient entre 105 °C et 310 °C, avec respectivement une perte de masse de 55.35 % pour PTMO-I et 51.87 % pour PTMO-II. Leurs masses respectives diminuent ensuite lentement pour atteindre une perte d'environ 36.3 % à 600 °C.

3.5 Préparation et sensibilité du polymère NCTO-PPy

À côté de gels et de films diélectriques sensibles, des conducteurs ou des semi-conducteurs sensibles peuvent également être utilisés pour la détection aux fréquences micro-ondes [50]. Cette section présente un matériau conducteur à base de nanocellulose, intégrant un polymère conducteur pour la détection d'humidité : le polypyrrole (PPy). Ce matériau est largement utilisé dans la littérature pour la détection environnementale. Dans cette thèse, il est incorporé dans la cellulose pour la fabrication d'un composite ayant fait l'objet d'importantes recherches chez nos partenaires du GC, à savoir le composite NCTO/PPy. L'objectif de cette section est de présenter ce matériau et son potentiel pour la détection d'humidité.

3.5.1 Préparation des feuilles NCTO/PPy

Le procédé de fabrication des feuilles de NCTO/PPy est présenté à la Figure 3-24. Un volume de 2 ml de pyrrole est incorporé à une solution de NCTO de cellulose à 0.5 %. Le mélange est agité pendant 10 minutes à température ambiante pour favoriser la dispersion du polymère dans la suspension de cellulose. Une solution de chlorure de fer à 0.3 M est par la suite ajoutée au mélange à titre d'oxydant, en vue d'initier la polymérisation radicalaire du pyrrole en polypyrrole (PPy). Les molécules de PPy se déposent littéralement sur les fibres

de NCTO et forment des liaisons fortes. La solution vire à la couleur noire, caractéristique de la présence de PPy. Après 30 minutes d'agitation, la solution est filtrée sur Büchner puis le film obtenu est placé dans une solution d'acide chlorhydrique avant d'être séché entre deux plaques chauffantes.

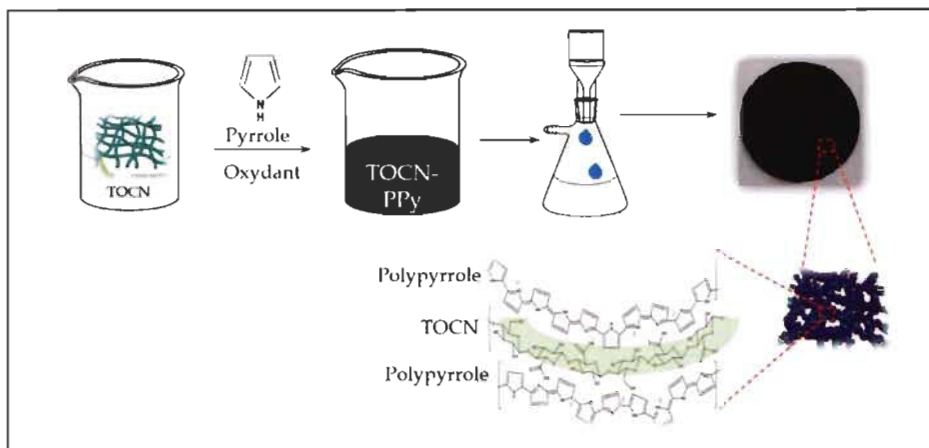


Figure 3-24 : Procédé de fabrication du NCTO/PPy

3.5.2 Polypyrrole et détection d'humidité

De nombreuses références dans la littérature démontrent la sensibilité du polypyrrole (PPy) à l'humidité. En tant que matériau sensible, il présente plusieurs avantages au rang desquels : une bonne linéarité, un faible hystérésis, une forte conductivité électrique, une réponse rapide et une haute stabilité environnementale [82]. Le principe de détection habituellement utilisé est la variation de sa conductivité électrique avec l'humidité, tel qu'envisagé dans cette thèse. L'intérêt pour ce matériau a été renforcé par ses propriétés mécaniques attractives, à même de procurer à sa matrice hôte une meilleure tenue mécanique. À titre d'exemple, les approches utilisées avec le PPy incluent : l'incorporation du PPy par polymérisation de la cellulose [82], polymérisation du PPy pour incorporation d'un matériau

sensible tel que le graphène [90] ou le greffage du PPy sur cellulose [91]. Dans cette thèse, le PPy a été intégré par polymérisation dans un film de NCTO, selon le procédé présenté à la section 3.5.1. Il n'a pas été possible de caractériser ces feuilles sous humidité variable à cause de la fragilité mécanique des feuilles préparées. Cependant, une telle caractérisation a été réalisée sur la plage 11 – 95 %RH à la référence [92], suffisante pour justifier son choix pour la preuve de concept aux fréquences micro-ondes.

3.6 Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, de nouveaux matériaux sous différentes phases (gels ou solides) pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes ont été introduits, avec la particularité d'être biodégradables. Selon le type d'usinage utilisé, ils sont fabriqués soit par la voie chimique donnant la pâte Kraft, ou par la voie mécanique donnant la pâte thermomécanique. Cette dernière pourrait contribuer à la revalorisation des produits de l'industrie papetière au Québec. Une simple oxydation par aTEMPO est suffisante pour augmenter considérablement le caractère hydrophile de ces matériaux, et améliorer leurs performances de détection. De plus, cherchant à améliorer les performances de détection par la combinaison des leurs effets avec ceux de la nanocellulose comme matrice, des matériaux composites au PVOH et PPy ont également été introduits. La préparation de tous ces matériaux et leur caractérisation sous humidité variable ont été présentées autant que possible, validant ainsi leur sensibilité.

Par ailleurs, des analyses pour orienter l'industrie des matériaux sensibles ont été réalisées. Les aspects investigués sont : la phase physique, le grammage de NCTO, la teneur des composites en PVOH, le niveau d'oxydation de la pâte thermomécanique secondaire. Il en ressort que (i) ces matériaux peuvent être utilisés sous forme de gels ou de films sensibles pour la détection d'humidité, (ii) la sensibilité diélectrique augmente avec le grammage, (iii)

la teneur en PVOH diminue la sensibilité des films mais reste à explorer pour les gels composites et (iv) la sensibilité augmente avec le degré d'oxydation de pâtes thermomécaniques. Ainsi, après le chapitre 2 qui présentait l'identification et l'analyse des structures micro-ondes, le chapitre 3 vient d'étudier les matériaux sensibles originaux et pertinents pour l'industrie des capteurs micro-ondes, ouvrant idéalement la voie à un chapitre 4 qui traite de l'intégration des deux éléments pour la conception de capteurs d'humidité.

4. Fonctionnalisation de composants CPW à l'aide de matériaux diélectriques biodégradables

Ce chapitre traite de l'intégration des fonctions de détection à travers les biodégradables présentés au chapitre précédent. L'enjeu est la validation des approches de fonctionnalisation identifiées, dans l'optique d'une réalisation à travers les technologies d'impression. En plus du volet de détection, ce chapitre met en évidence l'utilisation des diverses variantes CPW applicables selon la phase physique du matériau utilisé. Les performances sont analysées aussi bien sous l'angle micro-ondes que sous l'angle de la fabrication, en vue de ressortir des déterminants de performance. La fonctionnalisation par gel diélectrique est abordée à la section 4.1. Les sections suivantes traitent respectivement de la fonctionnalisation par feuilles à base de NCTO et à base de PTMO. La section 4.4 fait une comparaison avec la littérature.

4.1	Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible à l'humidité	120
4.1.1	Principe de détection par gel sensible sur résonateur CPWG	120
4.1.2	Conception et réalisation du capteur d'humidité	121
4.1.3	Partie expérimentale et résultats de détection	126
4.2	Fonctionnalisation par feuilles sensibles de NCTO et NCTO/PVOH	138
4.2.1	Principe de détection par substrat sensible sur résonateur CPW	139
4.2.2	Conception et réalisation du capteur d'humidité	140
4.2.3	Partie expérimentale et résultats des tests	143
4.3	Fonctionnalisation par feuille sensible de PTMO	153
4.3.1	Structure micro-ondes	153
4.3.2	Principe de détection	154
4.3.3	Conception et réalisation du capteur	155
4.3.4	Partie expérimentale et résultats	160
4.4	Comparaison	164

4.1 Fonctionnalisation par gel diélectrique sensible à l'humidité

Les matériaux sous forme de gels sont facilement déposables sur les composants d'un circuit électrique. Ils peuvent servir de matrices à des matériaux dont la granulométrie ou la viscosité n'en permettent pas une intégration directe. Certains gels sensibles ont préalablement été proposés pour la détection d'humidité et de température dans la littérature [50, 65, 85]. Ce paragraphe introduit des gels sensibles à base de NCTO, avec la particularité d'être biodégradables et plus respectueux de l'environnement. Les mécanismes menant à la fonctionnalisation d'un résonateur CPW par gel diélectrique sensible ont été élaborés à la section 2.2.2. Ici, l'objectif est, d'une part, d'étudier l'efficacité du gel de NCTO en tant que matériau sensible à l'humidité et, d'autre part, de le tester comme matrice biodégradable pour l'intégration de matériaux pouvant augmenter la sensibilité environnementale, à l'exemple du PVOH pour l'humidité. Les performances de détection du gel composite NCTO/PVOH résultant sont également étudiées.

4.1.1 Principe de détection par gel sensible sur résonateur CPWG

Afin de maximiser l'influence des gels sensibles dans les interstices du résonateur, la structure a été conçue dans sa variante CPWG. En effet, pour la même largeur de ligne centrale (W), la largeur du gap menant à une impédance caractéristique de $50\ \Omega$ dans la configuration CPWG est supérieure à celle de la configuration CPW [62]. La quantité de gel sensible est alors supérieure dans le deuxième cas, laissant espérer une meilleure sensibilité. La Figure 4-1 présente un résonateur CPWG construit sur le modèle de la Figure 2-4.

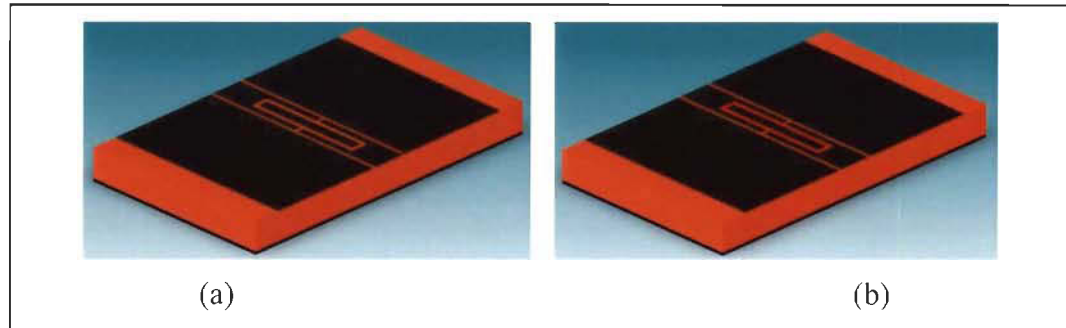


Figure 4-1 : Dessin du résonateur CPWG (a) sans matériau sensible et (b) avec matériau sensible.

D'après l'analyse de la section 2.2.2, traitant de la fonctionnalisation par gel sensible, la présence du gel hydrophile passant de la Figure 4-1 a) à la Figure 4-1 b) modifie le couplage capacitif entre le rectangle central et la ligne CPWG. La variation d'humidité est mesurable en réflexion par la variation de la fréquence de résonance, et en transmission par la variation de la phase de S_{21} .

4.1.2 Conception et réalisation du capteur d'humidité

4.1.2.1 Fréquence de résonance et paramètres S du résonateur

Le résonateur a été conçu grâce au logiciel ADS. Le substrat Duroid 5880 de Rogers selon les détails donnés à la section 2.2.1.2 a été choisi. Les dimensions de la ligne CPWG pour $Z_0 = 50 \, \Omega$ ont par la suite évaluées avec l'outil *LineCalc*. En fixant le gap à $s = 1 \, \text{mm}$, la largeur de la trace centrale doit être $W = 4.23 \, \text{mm}$. La largeur des plans de masse coplanaires est : $G = 3 \times (W + 2s) = 14.85 \, \text{mm}$. Les dimensions du dispositif final sont $42 \times 36 \times 1.6 \, (\text{mm})$.

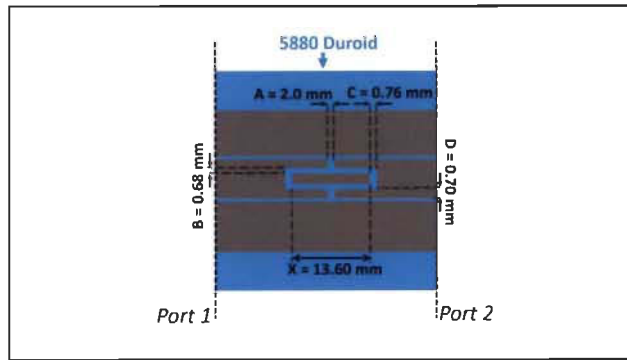


Figure 4-2 : Dimensions du résonateur CPWG

La structure a été simulée selon les dimensions de la Figure 4-2. La fréquence de résonance simulée est de 8.245 GHz, avec des pertes d'insertion de $I.L = -0.12$ dB.

4.1.2.2 Analyse EM du résonateur

L'analyse EM a été réalisée pour valider les hypothèses de répartition d'énergie à travers le spectre fréquentiel, et faire le lien avec le fonctionnement du circuit. Pour ce faire, la puissance EM a été observée en deux points : à la fréquence de résonance ($f_r = 8.245$ GHz) et à la fréquence de 5 GHz, qui en est éloignée de plus de 3 GHz. L'analyse est effectuée à travers les fentes de la structure. Elle est valide considérant la ligne CPW du point de vue électromagnétique comme un rapprochement de deux (2) lignes à fentes [62]. Les résultats obtenus sont respectivement présentés à la Figure 4-3 a) et à la Figure 4-3 b).

En se basant sur la Figure 4-3 et à l'analyse du code de couleur, les observations suivantes peuvent être faites. Loin de la résonance, la puissance EM incidente est réfléchiée par la forte impédance vue au centre de la structure. Aucun signal n'est transmis. En se rapprochant de la fréquence de résonance, l'énergie EM est d'avantage aspirée autour du rectangle central.

Un couplage capacitif s'installe progressivement entre le rectangle et la ligne CPWG. À la résonance, le champ dans les fentes est maximal et localisé autour du rectangle central. Il y a transmission du signal avec un minimum de pertes.

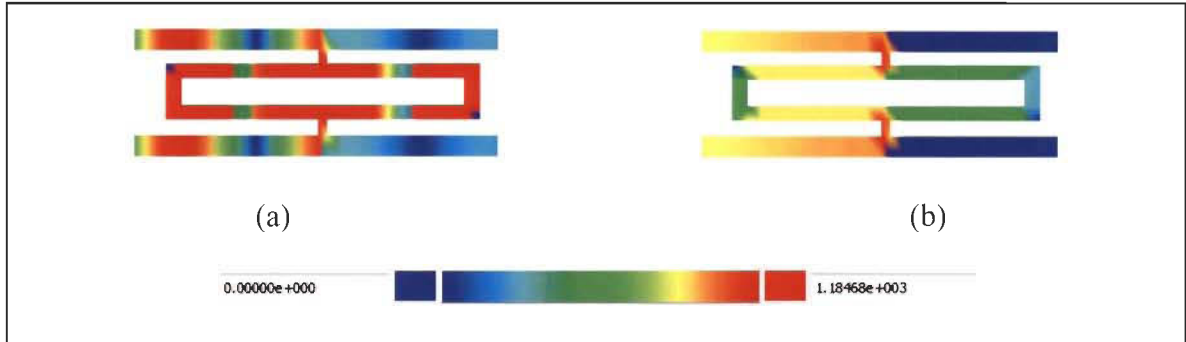


Figure 4-3 : Distribution des champs EM (a) à la résonance et (b) à 5 GHz.

4.1.2.3 Réalisation du résonateur CPWG

Le résonateur conçu a été fabriqué au GÉGI. Les connecteurs ont été soudés par la suite. Une photographie du prototype est présentée à la Figure 4-4 aussi bien en vue de dessus qu'en vue de dessous. Les paramètres S ont été mesurés à l'aide d'un analyseur de réseaux, et les résultats sont présentés à la Figure 4-5 qui effectue une comparaison entre la simulation et la pratique. Des *vias* sont ajoutés pour uniformiser le potentiel de référence.

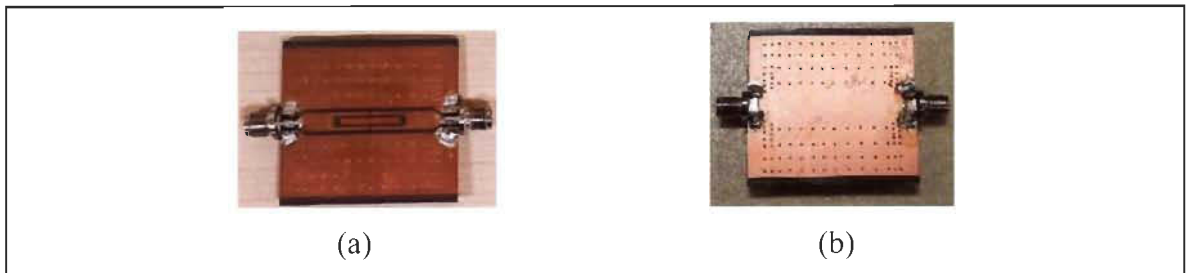


Figure 4-4 : Photographie du capteur CPWG (a) vu de dessus et (b) vu d'en-dessous

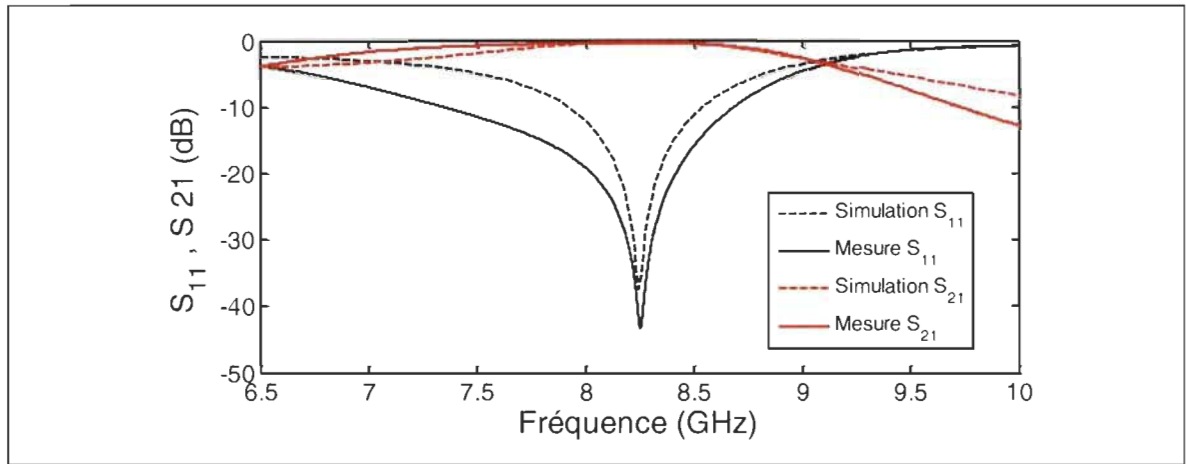


Figure 4-5 : Paramètres S_{11} et S_{21} du CPWG mesurés après fabrication

La forte corrélation entre la simulation et la mesure est validée par la Figure 4-5. Les valeurs de la pratique sont très proches de celles de la simulation. La fréquence de résonance est de 8.252 GHz en pratique contre 8.245 en simulation. Les pertes d'insertion en pratique sont $I.L = -0.52$ dB. Les différences observées sont principalement attribuables à la précision des modèles et à l'ajout de transitions pour assurer la connexion des connecteurs SMA à des fins de mesure.

4.1.2.4 Intégration des matériaux sensibles au résonateur CPWG

Tel qu'annoncé en introduction de la section 4.1, deux gels diélectriques ont été préparés au GC pour l'intégration de la fonction de détection au résonateur : un gel de NCTO à 1.7 %wt, et un gel composite NCTO/PVOH dans une proportion 90%-10%. Ils ont été déposés avec une pipette dans la région de fonctionnalisation identifiée à la Figure 4-1 b). Par la suite, les résonateurs comportant les gels sensibles ont été séchés pendant 48 heures grâce à un flux d'air forcé. Le capteur obtenu par dépôt de NCTO est montré à la Figure 4-6.

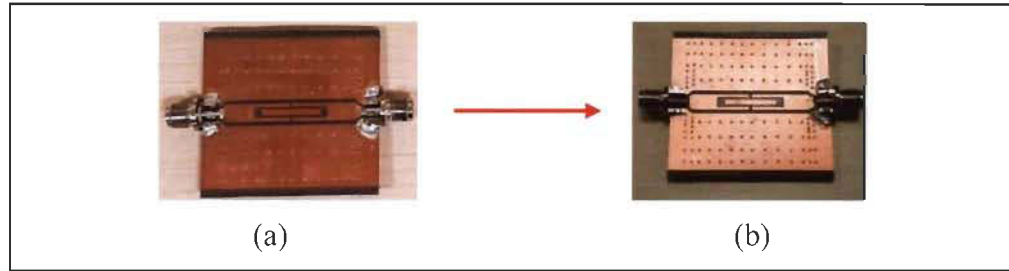


Figure 4-6 : Photo du résonateur CPWG (a) sans NCTO et (b) avec NCTO

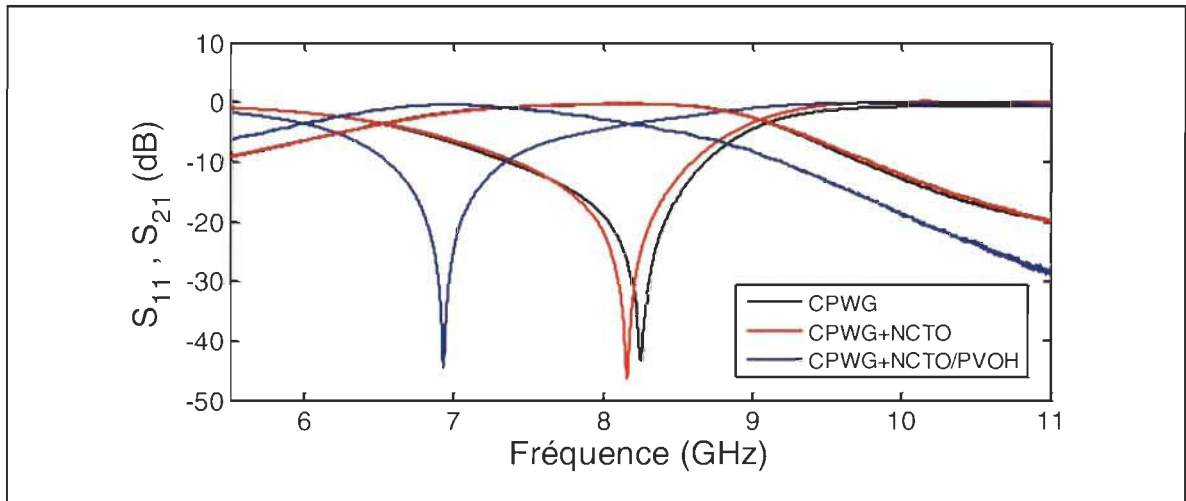


Figure 4-7 : Paramètres S_{11} et S_{21} avec et sans matériau sensible

L'aspect transparent du gel de NCTO le rend difficilement visible entre la Figure 4-6 a) montrant le résonateur avant le dépôt du gel, et la Figure 4-6 b) montrant le résonateur avec le gel par-dessus. Cependant, la mesure du paramètre S_{11} une fois ce matériau ou le gel NCTO/PVOH intégré montre un décalage fréquentiel révélant la présence desdits matériaux et leur influence diélectrique. Tel qu'illustré à la Figure 4-7, le décalage observé pour la fréquence de résonance est de 97 MHz avec le NCTO, et de 1.321 GHz avec NCTO/PVOH. La présence de PVOH change considérablement l'état diélectrique du gel de NCTO.

4.1.3 Partie expérimentale et résultats de détection

4.1.3.1 Génération des taux d'humidité par solutions salines saturées

La sensibilité du circuit à l'humidité a été validée en le soumettant à des conditions d'humidité variable, au moyen de solutions salines saturées. Cette méthode, implémentée pour la première fois dans notre laboratoire, est basée sur le principe selon lequel une solution saline saturée génère un taux d'humidité constant dans un volume donné et à température donnée [93]. Le Tableau 4-1 montre l'ensemble des sels utilisés pour couvrir la plage 22.5 – 97 %RH, au total huit (8).

Tableau 4-1 : Dosages des solutions pour générer l'humidité sur la plage 11 – 90 %RH

Sel	Quantité	Volume de solution	%RH attendu	%RH mesuré
Acétate de potassium	220 g	100 ml	22.5 %RH	22.5 %RH
Chlorure de magnésium	60 g	100 ml	32.8 %RH	38.3 %RH
Carbonate de potassium	125 g	100 ml	43.2 %RH	42.0 %RH
Nitrate de magnésium	150 g	100 ml	52.9 %RH	51.9 %RH
Chlorure de sodium	45 g	100 ml	75.3 %RH	60.0 %RH
Chlorure de potassium	80 g	100 ml	83.6 %RH	77.0 %RH
Nitrate de potassium	50 g	100 ml	93.9 %RH	86.0 %RH
Sulfate de potassium	40 g	100 ml	97.0 %RH	90.1 %RH

Des solutions salines saturées de 100 ml ont ainsi été préparées à l'Institut de recherche sur l'hydrogène (IRH). Tenant compte de la solubilité des sels, les masses correspondantes ont été placées à l'intérieur de coupelles vitrées et diluées avec de l'eau dé-ionisée. Elles ont

par la suite été déposées dans des boîtes d'un volume de 4 litres. Les valeurs sont mesurées à une température de 22 °C. Une première série de tests a été effectuée pour déterminer le temps de mesure pour chaque valeur. Le temps de stabilisation augmentait avec les taux d'humidité. Une durée maximale de 20 minutes a été jugée optimale pour atteindre une bonne mesure en un temps raisonnable.

Au bout de 20 minutes, les valeurs d'humidité concordent globalement avec les valeurs attendues jusqu'à 53 %RH. Au-delà de cette valeur, la différence entre les valeurs attendues et les valeurs mesurées s'explique principalement par le temps de stabilisation du taux d'humidité. Ainsi, le taux mesuré pour le nitrate de potassium est de 89.1 %RH après 45 minutes, et de 93.6 %RH après 1 h. Les résultats divergent avec le chlorure de magnésium pour la génération du taux d'humidité à 32.8 %RH. L'hypothèse la plus plausible est que la valeur de 38.3 %RH a été obtenue par une erreur de grammage. Au final, les taux mesurés après 20 minutes couvrent la plage de 10.9 %RH à 90.1 %RH en neuf (9) points, suffisante pour valider la sensibilité des circuits fonctionnalisés à l'humidité.

4.1.3.2 Protocole de test à humidité variable

Le dispositif de test à l'aide des solutions salines saturées est présenté à la Figure 4-8 a). La Figure 4-8 b) décrit le banc de test qui comprend une coupelle de verre remplie de la solution saline saturée, une boîte hermétique d'un volume de 4 litres, une sonde température-humidité et un analyseur de réseaux. La coupelle vitrée contenant la solution est placée au fond, au centre de la boîte hermétique. Trois minces ouvertures sont formées à travers le

couvercle. L'ouverture centrale permet d'introduire la sonde donnant la température et l'humidité à l'intérieur de la boîte en temps réel.

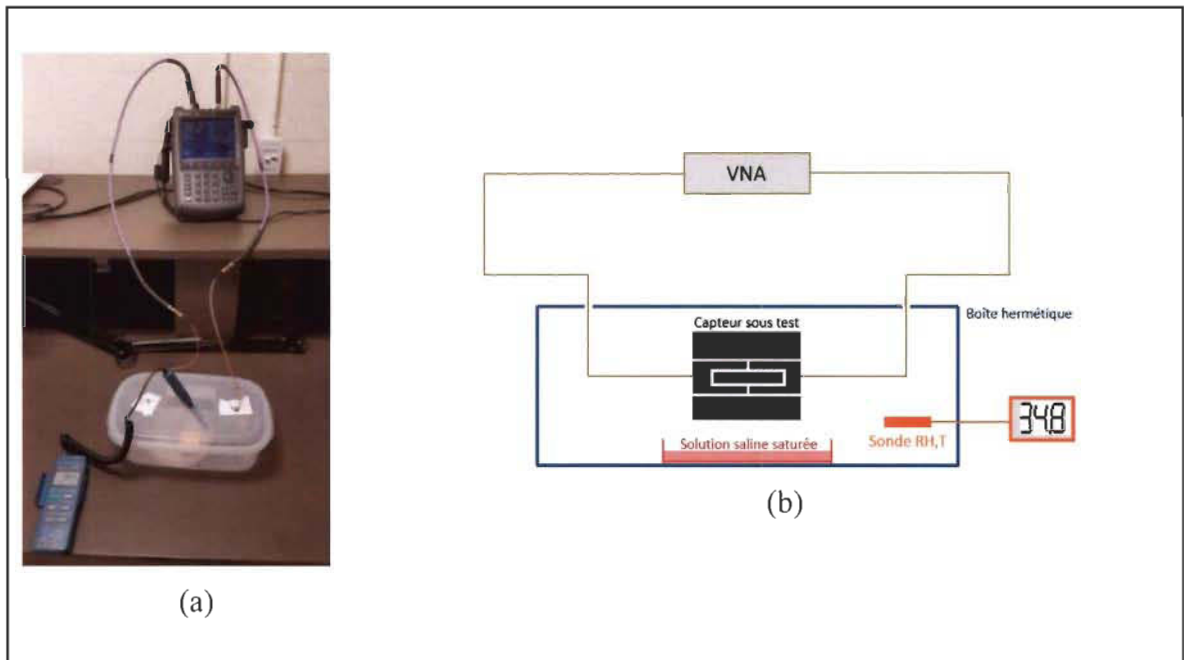


Figure 4-8 : Banc de test d'humidité avec des solutions salines saturées (a) photographie ; (b) schéma de principe

Le circuit est raccordé à l'analyseur de réseaux à l'aide de câbles. Grâce aux deux autres ouvertures laissant passer chacune un câble, le circuit est placé à l'intérieur de la boîte hermétique, aussi proche que possible de la solution saline et de la sonde (moins de 5 cm). Le taux d'humidité est visualisé par un affichage numérique externe. Le dispositif complet compte huit (8) boîtes, à l'exception de la boîte au chlorure de lithium. Le circuit est déplacé d'une boîte à l'autre à humidité croissante. Les fichiers "s2p" sont enregistrés après un maximum de 20 minutes, l'humidité dans chaque boîte s'étant stabilisée à la valeur proche du Tableau 4-1 correspondante.

4.1.3.3 Réponse en humidité du gel de NCTO

Cette section donne les résultats de mesure et analyse la réponse du résonateur CPWG avec le gel sensible de NCTO. La Figure 4-9 montre l'effet de l'humidité sur le paramètre S_{11} en module et le paramètre S_{21} en phase, dans la plage 21.9 %RH – 86.4 %RH.

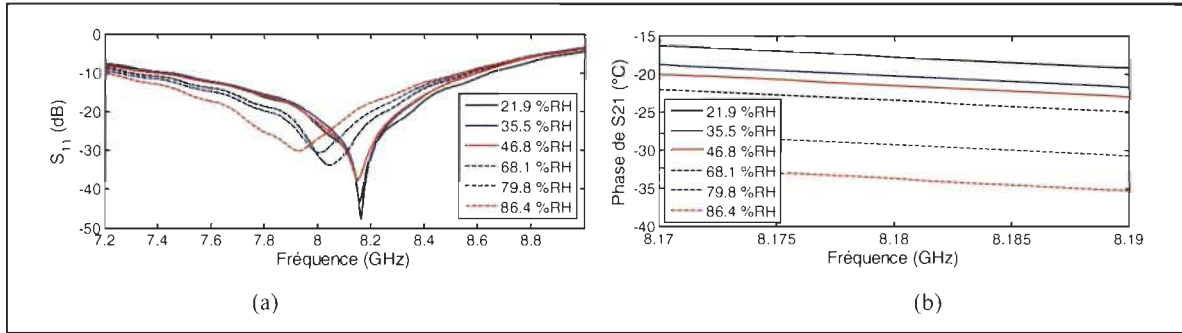


Figure 4-9 : Réponses du gel NCTO à l'humidité (a) S_{11} en module; (b) S_{21} en phase

L'observation des courbes à taux d'humidité variables superposées à la Figure 4-9 a) montre un décalage progressif de la résonance vers la gauche, au fur et à mesure que la teneur en humidité augmente. Cette tendance concorde avec les analyses théoriques et les résultats de caractérisation, où la permittivité relative augmente avec l'humidité. La fréquence de résonance passe ainsi de 8.163 GHz à 21.9 %RH à 7.985 GHz à 86.4 %RH. La variation de la phase de S_{21} en fonction de l'humidité a été étudiée à la fréquence de 8.18 GHz proche de la fréquence de résonance, pour laquelle les pertes d'insertion étaient mesurées à -0.36 dB aux conditions ambiantes. La Figure 4-9 b) montre une diminution progressive de la phase entre -17.92° et -33.31° à cette fréquence, sur la plage 21.9 – 86.4 %RH. Ces variations démontrent la sensibilité des circuits fabriqués, validant leur fonctionnement en capteurs d'humidité. Afin d'étudier la linéarité et d'extraire la sensibilité, la Figure 4-10 montre la variation de la fréquence de résonance en fonction de l'humidité et la Figure 4-11 montre la variation de la phase de S_{21} en fonction de l'humidité à la fréquence de 8.18 GHz.

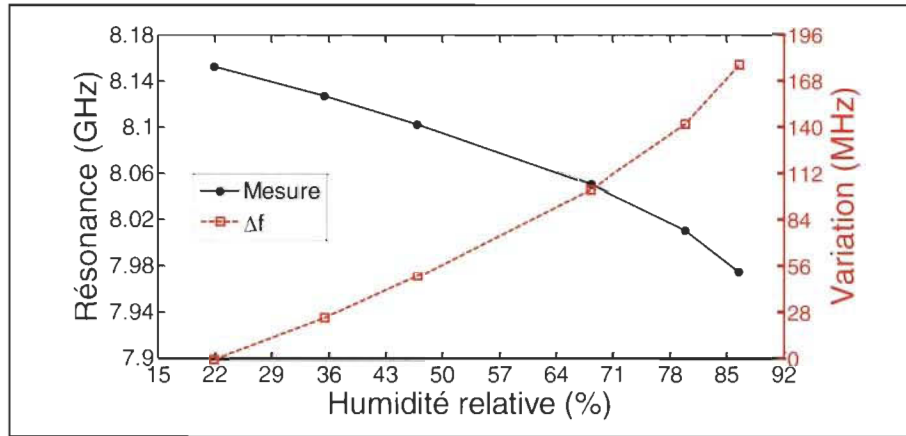


Figure 4-10 : Réponse fréquentielle en humidité du résonateur CPWG avec le gel NCTO

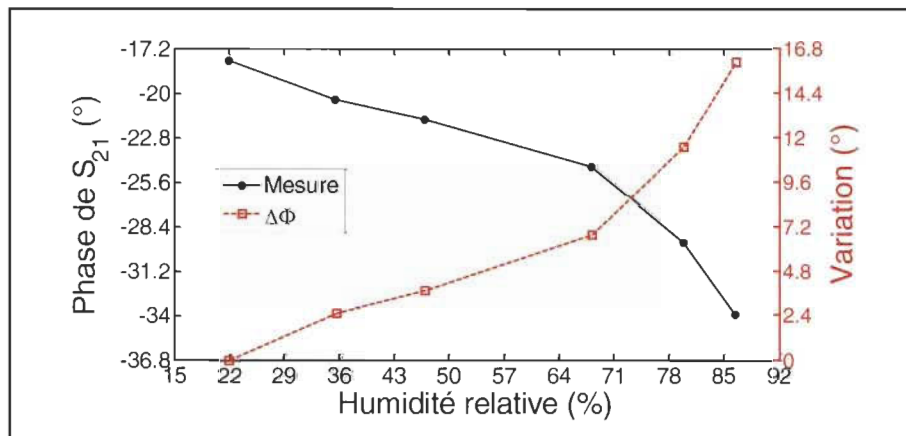


Figure 4-11 : Réponse à l'humidité du résonateur CPWG en phase avec le gel NCTO en phase

D'après la courbe de la Figure 4-10, la variation totale de fréquence est de $\Delta f_r = 178$ MHz sur toute la plage 21.9 – 86.4 %RH, avec une bonne linéarité. La sensibilité du capteur est évaluée à 2.677 MHz/%RH sur cette plage dynamique ($R^2 = 0.9783$). À l'observation de la Figure 4-11, les variations de phase en fonction de l'humidité délimitent deux zones de sensibilités différentes. Dans la plage 21.9–68.1 %RH, la sensibilité du capteur est de 0.14 °/%RH, ($R^2 = 0.9927$). Par la suite, elle augmente à 0.523 °/%RH sur la plage 68.1–89.3 %RH ($R^2 = 0.9837$).

4.1.3.4 Réponse en humidité du gel NCTO/PVOH

Cette section présente les résultats de mesure du résonateur CPWG avec le gel sensible de NCTO/PVOH, et analyse sa réponse en humidité. La Figure 4-12 mesure l'effet de l'humidité sur le paramètre S_{11} en module et le paramètre S_{21} en phase, sur la plage 20.8 %RH – 89.3 %RH.

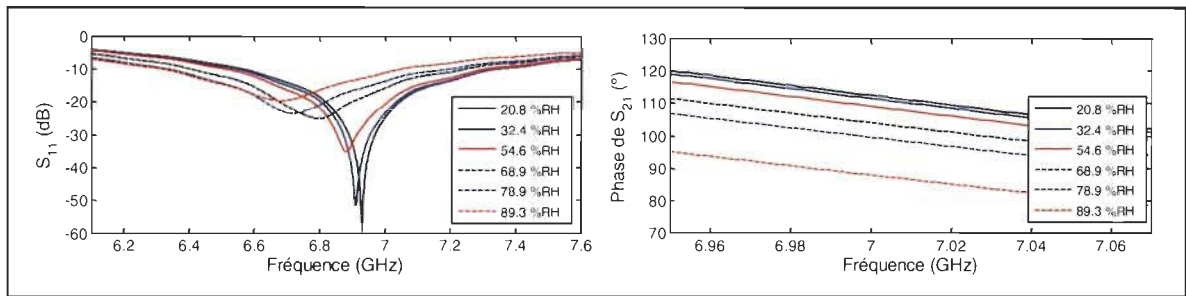


Figure 4-12 : Réponse du gel NCTO/PVOH à l'humidité (a) en module de S_{11} et (b) en phase de S_{21}

Les variations observées à la Figure 4-12 sont cohérentes avec les observations de la Figure 4-9. La fréquence de résonance se décale vers la gauche au fur et à mesure que le taux d'humidité augmente, et la phase de S_{21} diminue. Dans la plage 20.8 – 89.3 %RH, la fréquence de résonance passe de 6.931 GHz à 6.678 GHz, soit une variation de 253 MHz. La variation de la phase de S_{21} en fonction de l'humidité est évaluée à la fréquence de 7 GHz, où les pertes d'insertion sont de - 0.55 dB dans les conditions ambiantes. De 20.8 %RH à 89.3 %RH, la phase de S_{21} passe de 112.7° à 88.3°. La Figure 4-13 montre la variation de la fréquence de résonance en fonction de l'humidité et les variations de la phase de S_{21} mesurées à la fréquence de 7 GHz sont présentées à la Figure 4-14.

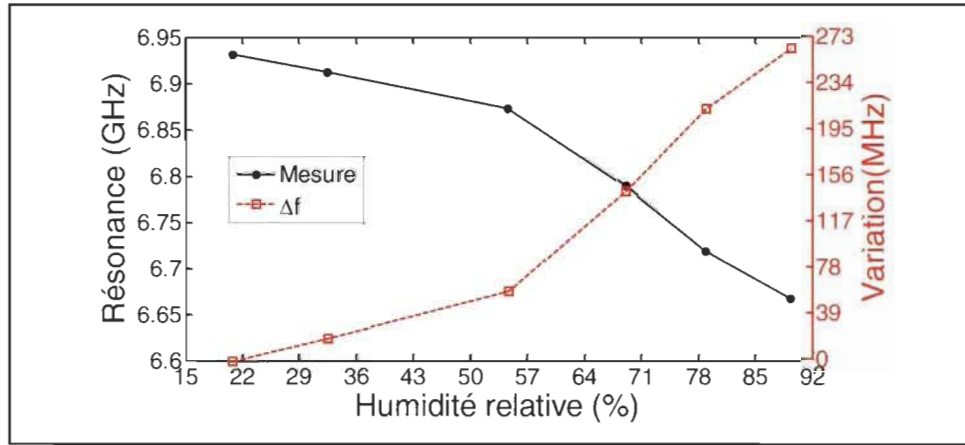


Figure 4-13 : Réponse fréquentielle en humidité du résonateur CPWG avec le gel NCTO/PVOH

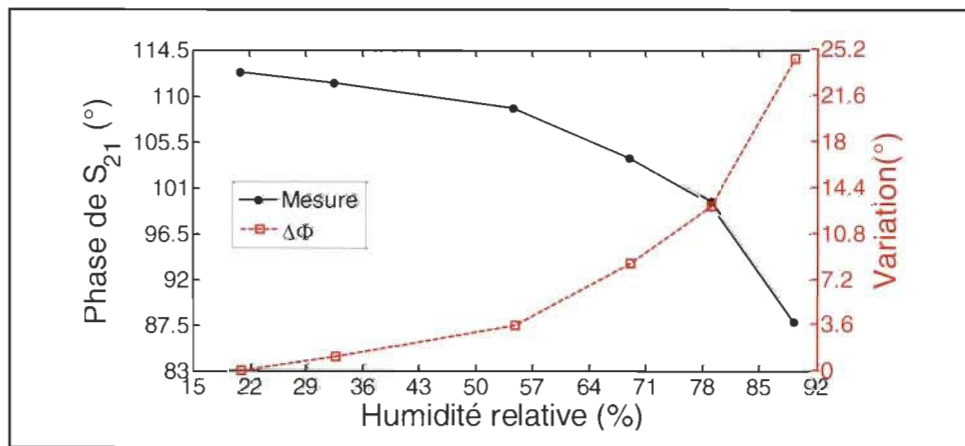


Figure 4-14 : Figure 4-15 : Réponse à l'humidité du résonateur CPWG en phase avec le gel NCTO/PVOH en phase

À l'analyse de la Figure 4-13, le capteur affiche une sensibilité différente avant et après la valeur de 54.6 %RH. Dans la plage 20.8 – 54.6 %RH, la sensibilité est de 1.721 MHz/%RH ($R^2 = 0.9997$). Elle augmente notablement à 6 MHz/%RH sur la plage 54.6 – 89.3 RH ($R^2 = 0.9967$). Il en est de même pour les variations de la phase de S_{21} avec l'humidité qui délimitent également deux (2) zones d'opération linéaire. Entre 20.8 %RH et 68.9 %RH, la phase varie avec une sensibilité de 0.188 °/%RH ($R^2 = 0.9778$), et 0.785 °/%RH sur la plage 68.9 – 89.3 %RH ($R^2 = 0.9983$).

4.1.3.5 Analyse des performances sur la plage dynamique

Après les mesures d'humidité et le calcul des sensibilités, l'analyse de la performance a été réalisée selon deux axes : l'influence du PVOH sur la sensibilité des capteurs, et la dégradation des performances micro-ondes avec la variation d'humidité. Les performances du capteur CPWG avec les matériaux NCTO et NCTO/PVOH sont résumées au Tableau 4-2.

Tableau 4-2 : Variation de la fréquence de résonance avec les gels sensibles

Matériaux	Variation fréquentielle		Variation de phase	
NCTO	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)		S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)
	21.9-79.8 %RH		21.9-68.1 %RH	68.1-86.4 %RH
	2.677		0.140	0.523
NCTO/PVOH	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)
	20.8-54.6 %RH	54.6-89.3 %RH	20.8-68.9 %RH	68.9-89.3 %RH
	1.722	6.000	0.188	0.785

Le capteur à base de NCTO est linéaire sur l'ensemble de sa plage dynamique. D'après le Tableau 4-2, la sensibilité est globalement meilleure avec le NCTO/PVOH comparativement au NCTO seul, que ce soit avec la fréquence de résonance ou la phase. Les capteurs avec NCTO/PVOH décrivent une zone de faible sensibilité et une zone de forte sensibilité. Pour comprendre la contribution du PVOH, une approche comparative superposant les courbes de variation relative du NCTO et du NCTO/PVOH de la fréquence de résonance d'après la formule (5.1) est présentée à la Figure 4-16 (avec $\delta = f_r$, i pour initial et f pour final).

$$\Delta = 100 \times \left| \frac{\delta_f - \delta_i}{\delta_i} \right| \quad (5.1)$$

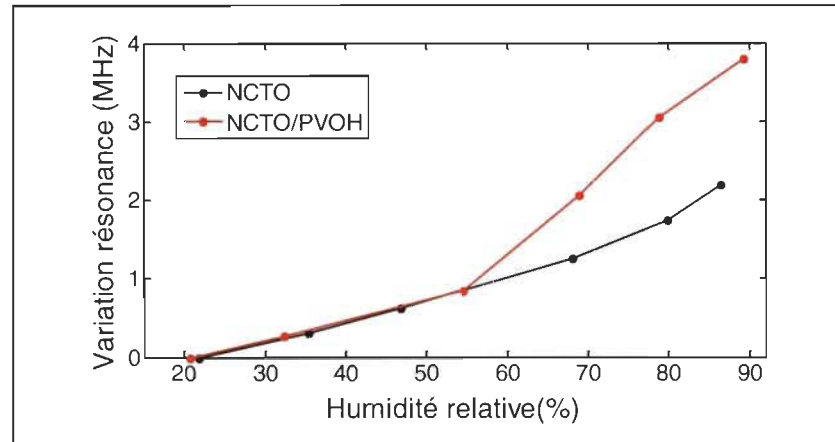


Figure 4-16 : Variation relative de la sensibilité du capteur avec NCTO et NCTO/PVOH

L'allure de la courbe à la Figure 4-16 démontre clairement l'effet du PVOH. La variation relative de la sensibilité du NCTO sans PVOH plafonne à 2%. Elle culmine à 4% avec le PVOH, avec une nette augmentation à partir de 55 %RH. Ce résultat est cohérent avec la littérature, qui a établi que les propriétés d'absorption d'humidité du PVOH augmentaient considérablement à partir de cette valeur aux fréquences micro-ondes [94, 95]. D'après la Figure 4-16, le capteur réagit selon la superposition du mécanisme de NCTO agissant comme matrice, et celui du PVOH qui y est encastré. Pour ce qui est de la phase, le Tableau 4-2 délimite dans les deux cas une zone de faible sensibilité et une zone de forte sensibilité à la frontière de 69 %RH. Nous pensons que cette valeur correspond au seuil pour lequel le réseau de fibres est saturé de façon suffisante et homogène pour assurer une continuité du signal électrique. Le capteur avec NCTO/PVOH présente une meilleure sensibilité. Afin d'analyser les performances des capteurs sur la plage dynamique de détection, la Figure 4-17 montre les variations de $(S_{11})_{min}$ et $(S_{21})_{max}$ pour les matériaux NCTO et NCTO/PVOH. La Figure 4-18 présente les facteurs de mérite correspondants en fréquence et en phase.

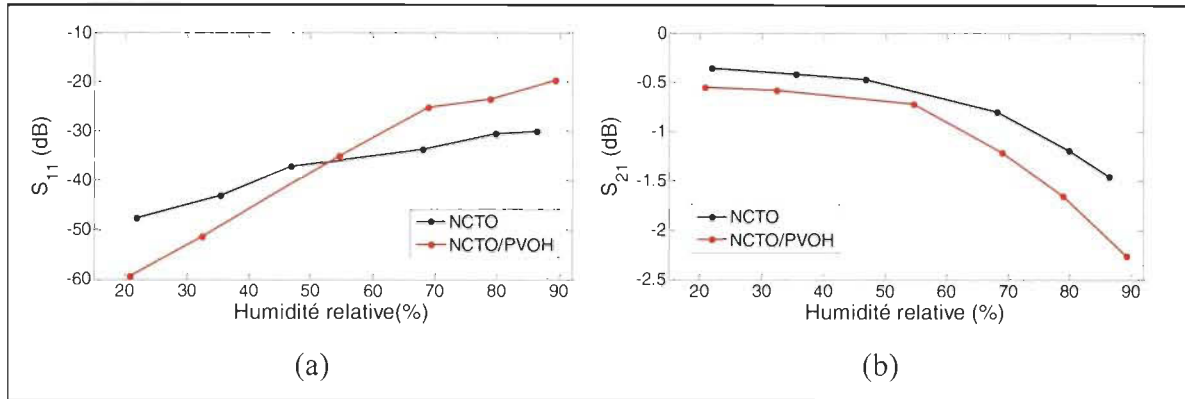


Figure 4-17 : Variation des paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur CPWG avec l'humidité (a) avec le NCTO; (b) avec le NCTO/PVOH

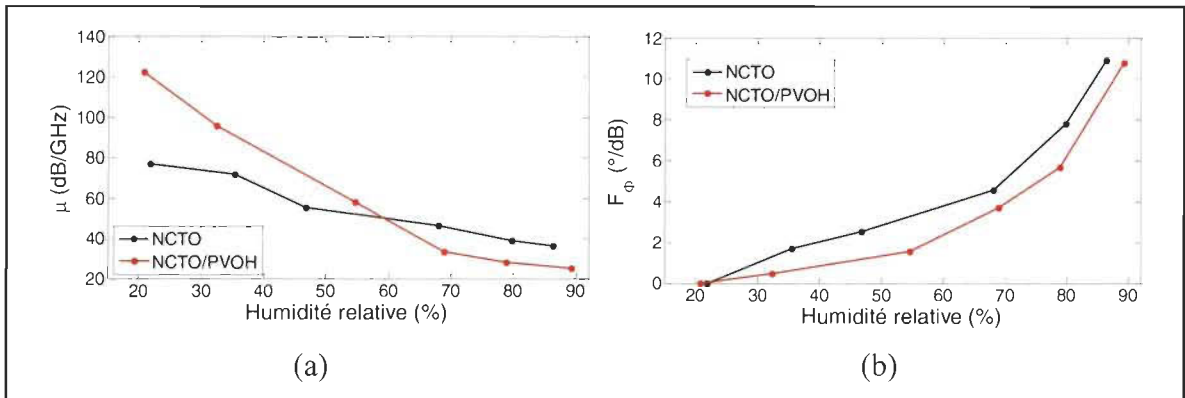


Figure 4-18 : Variation des facteurs de mérite des capteurs CPWG à base de NCTO et NCTO/PVOH (a) en fréquence ; (b) en phase

Les tendances similaires entre (μ) et (S_{11}) avec des pentes modérées à la Figure 4-17 a) et la Figure 4-18 a) traduisent une variation modérée du facteur de qualité. La variation de (μ) est monotone pour le NCTO avec une pente de $\kappa = 0.632$ dB/GHz/%RH, et cohérente avec la linéarité de sa réponse en humidité. La variation de pente pour le NCTO/PVOH passant de 1.853 à 0.398 dB/GHz/%RH à la frontière de 68.9 %RH correspond à la saturation du matériau. En transmission, les pertes d'insertion les plus fortes du résonateur à la Figure 4-17 b) atteignent -2.264 dB avec le matériau NCTO/PVOH. Cette valeur reste meilleure que -3 dB et démontre la capacité du résonateur à réaliser la détection d'humidité sur une large

plage avec NCTO et NCTO/PVOH, tout en maintenant de très faibles pertes. Les facteurs de mérite de phase à la Figure 4-18 b) montrent une bonne réactivité du circuit en transmission, notamment pour le NCTO/PVOH affichant des pentes plus abruptes. Ils plafonnent à 10.93 °/dB et 10.80 °/dB respectivement pour NCTO et NCTO/PVOH. Les principaux résultats obtenus avec cette structure CPWG et ces matériaux sont résumés au Tableau 4-3.

Tableau 4-3 : Tableau d'analyse de la performance du CPWG avec NCTO et NCTO/PVOH en gels sensibles

Matériaux sensibles	NCTO	NCTO/PVOH
Décalage fréquentiel total (MHz)	178.0	253.0
Variation totale de la phase de S_{21} (°)	16.01	24.43
Pertes maximales (dB)	-1.465	- 2.263
μ maximal	36.18	25.10
F_ϕ maximal (°/dB)	10.93	10.80

4.1.3.6 Comparaison

Pour situer le concept présenté dans cette section et ses performances par rapport à la littérature, quelques travaux utilisant des gels sensibles aux fréquences micro-ondes ont été recensés et intégrés dans le Tableau 4-4 à des fins de comparaison.

Tableau 4-4 : Tableau comparatif des performances des feuilles sensibles avec la littérature

Substrats	Variation fréquentielle (MHz/%RH)	Plage dynamique (%RH)	Structures micro-ondes	Réf.
PVOH	6.75	35 – 85	Résonateur ELC	[65]
	2.38	35 – 85	Résonateur SIR	
	8.37	35 – 70	Résonateur ELC	[96]
	16.56	70 – 85		
NCTO	2.67	22 – 86	Résonateur CPWG	Cette thèse
NCTO/PVOH	6.00	55 – 89		

Les recherches antérieures ont utilisé le PVOH comme gel sensible à l'humidité. Elles ont pour la plupart été menées avec des capteurs sans fil en transmission. Le capteur est placé entre une antenne émettrice et une antenne réceptrice. Le paramètre S_{21} est mesuré par l'antenne réceptrice et analysé pour la performance du capteur. Deux raisons permettent d'expliquer la forte sensibilité des capteurs implémentés à travers cette technologie. La première raison est la teneur des gels en PVOH. Elle est supérieure à 90% dans ces publications et est de 10% dans notre cas. La deuxième raison est la valeur du facteur de qualité des résonateurs ELC, qui est supérieure à celle des structures CPWG. Les résultats sont cependant similaires pour les résonateurs en technologies de lignes de transmission tels que le résonateur SIR (de l'anglais *Stepped Impedance Resonator*) de la référence [65]. La sensibilité avec les gels de NCTO et celui de NCTO/PVOH est respectivement de 2.67 MHz/%RH et de 6.00 MHz/%RH, supérieure à 2.38 MHz/%RH dans cette référence. En plus de son caractère totalement biodégradable, le gel de NCTO est testé sur une plus large plage dynamique. Cette thèse présente de manière originale des résultats de détection avec la phase. Le meilleur résultat est de 0.785 °/%RH sur la plage 68.9 – 89.3 %RH, obtenu avec le matériau NCTO/PVOH.

4.1.4 Conclusion partielle

Les gels à base de NCTO ont été utilisés avec succès pour la détection d'humidité aux fréquences micro-ondes. Ils ont été insérés dans les interstices d'un résonateur CPWG, dont l'analyse préalable a permis d'identifier des mécanismes d'interaction micro-ondes menant à l'implémentation des fonctions de détection. La mise en œuvre de cette approche pour l'humidité est venue valider l'efficacité de concepts propres à des technologies à lignes de transmission pour la détection. En plus de son caractère biodégradable, le NCTO a également démontré une bonne linéarité dans sa réponse à l'humidité, avec des résultats comparables à ceux de la littérature. L'incorporation du PVOH a eu un effet notable d'accroissement de la sensibilité, notamment au-delà de 50%RH. Les résultats sont encourageants. Parmi les pistes d'optimisation, l'augmentation de la teneur du gel composite en PVOH est à considérer pour améliorer la sensibilité des capteurs.

4.2 Fonctionnalisation par feuilles sensibles de NCTO et NCTO/PVOH

Cette section étudie la fonctionnalisation d'un résonateur CPW par feuilles diélectriques sensibles. Les avantages des feuilles incluent la simplicité d'intégration et le potentiel d'utilisation comme substrat sensible pour l'impression. Le premier intérêt de cette démarche est l'analyse du comportement et de la performance de feuilles diélectriques sensibles pour la détection. Contrairement à la phase visqueuse des gels, la phase solide des feuilles met à contribution des mécanismes de fonctionnalisation différents. Ces mécanismes ont été présentés à la section 2.2.1. Les feuilles de NCTO et de NCTO/PVOH ont été caractérisées à la section 3.3.2. Dans cette section, la fabrication de capteurs par superposition de feuilles

sensibles est réalisée avec le résonateur de la Figure 2-4. Dans un deuxième temps, l'intérêt des feuilles diélectriques sensibles est de valider si les matériaux de NCTO et NCTO/PVOH produisent les mêmes résultats indifféremment de la forme de gels ou de feuilles diélectriques. L'influence de la concentration de NCTO de même que celle du PVOH sont étudiées dans cette section.

4.2.1 Principe de détection par substrat sensible sur résonateur CPW

Le principe de détection est appliqué à la variante CPW, utilisée pour simplifier la fabrication au niveau PCB et faciliter la transposition des concepts aux technologies d'impression. Les procédés d'impression sur une face allègent la fabrication et réduisent le temps de fabrication. La Figure 4-19 montre le résonateur CPW sans feuille sensible en a) et avec feuille sensible en b). Le principe de détection illustré par rapprochement des deux images est développé à la section 2.2.1.2 traitant de la fonctionnalisation à l'aide de feuilles diélectriques sensibles.

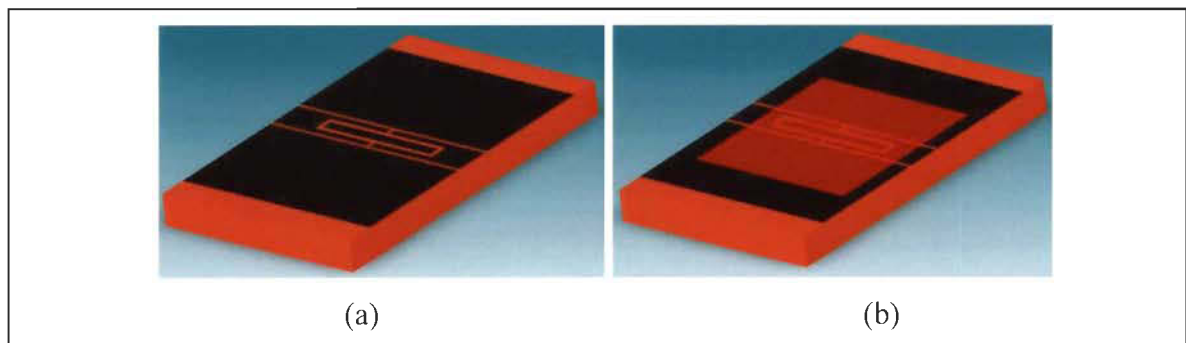


Figure 4-19 : Résonateur CPW pour la détection (a) sans feuille sensible; (b) avec feuille sensible

Soit (ε_{eff_CNF}) , la permittivité efficace du circuit de la Figure 4-19. (ε_{eff_CNF}) est donnée par (4.1), où ε_{r0} est la permittivité du substrat, ε_{rCNF} est la permittivité de la feuille sensible, q_0 est le facteur de remplissage partiel du substrat et q_{CNF} est le facteur de remplissage partiel de la feuille diélectrique sensible.

$$\varepsilon_{eff_CNF} = 1 + q_0(\varepsilon_{r0} - 1) + q_{CNF}(\varepsilon_{rCNF} - 1) \quad (4.2)$$

D'après l'analyse effectuée à la section 2.2.1.2, la détection d'humidité est possible grâce à la nature hydrophile des feuilles de NCTO et NCTO/PVOH, dont la constante diélectrique et l'épaisseur varient avec l'absorption d'humidité. Elle est mesurable en réflexion par la variation de la fréquence de résonance, et en transmission par la variation de la phase de S_{21} .

4.2.2 Conception et réalisation du capteur d'humidité

4.2.2.1 Conception du résonateur CPW

La détection par feuille sensible requiert un substrat quasiment insensible au paramètre environnemental visé. Le substrat Rogers 4003C dont la faible affinité à l'eau est présentée à la section 2.2.1.2 a été choisi. Les dimensions de la ligne CPW pour $Z_0 = 50 \Omega$ ont été déterminées avec *LineCalc*. Avec le gap $s = 0.254$ mm, la largeur de la trace centrale doit être $W = 4.15$ mm. La largeur des plans de masse est telle que : $G = 3 \times (W + 2s) \cong 14$ mm. La géométrie du résonateur est présentée à la Figure 4-20. La fréquence de résonance simulée est $f_r = 4.617$ GHz et les pertes d'insertion simulées sont $I.L = -0.312$ dB.

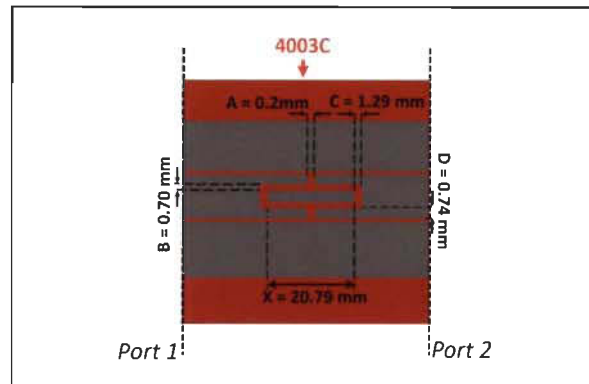


Figure 4-20 : Dimensions du résonateur CNF pour les feuilles à base de NCTO

4.2.2.2 Fabrication du résonateur CPW

Le substrat 4003C a été usiné au GÉGI pour fabriquer le résonateur. Après la soudure des connecteurs SMA, les paramètres S du circuit ont été mesurés grâce à un analyseur de réseaux. Six résonateurs ont été fabriqués pour tester chacune des feuilles présentées à la section 3.3.1, dont trois (3) sont présentées à la Figure 4-21. Les dimensions finales sont de 3 cm x 5 cm. La Figure 4-22 montre la comparaison entre la simulation et la mesure du résonateur dans les conditions ambiantes.



Figure 4-21 : Photo des résonateurs CPW fabriqués

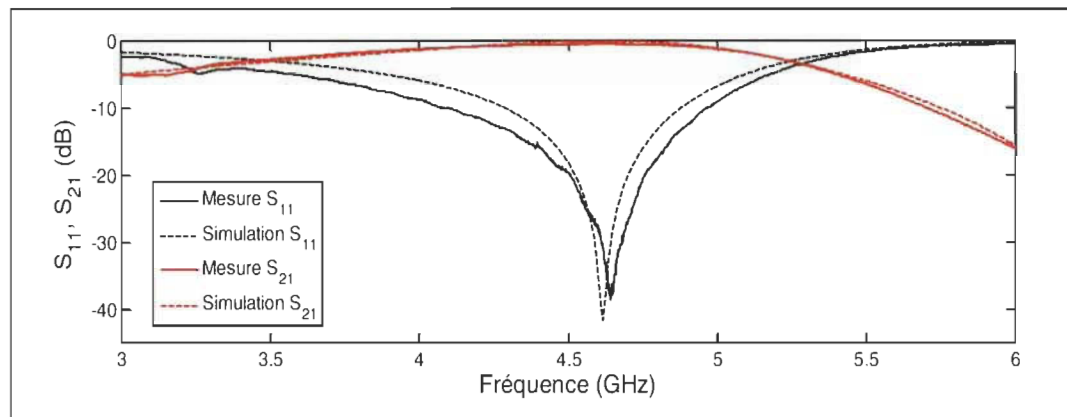


Figure 4-22 : Paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur aux conditions ambiantes

La fréquence de résonance mesurée est de 4.642 GHz contre 4.617 GHz en simulation. Le facteur de qualité mesuré est de 156. Les pertes d'insertion sont mesurées à $I.L = -0.545$ dB. Les décalages observés entre la simulation et la pratique sont très faibles, aussi bien en fréquence qu'avec les pertes. Ils s'expliquent par la précision des modèles, l'addition des connecteurs et des transitions pour assurer la mesure des paramètres S du résonateur.

4.2.2.3 Intégration des feuilles sensibles aux résonateurs CPW

Les six feuilles caractérisées à la section 3.3.2 ont été analysées pour évaluer l'incidence des concentrations massiques sur la sensibilité. Cette analyse s'effectue avec les trois feuilles de NCTO au grammage différent (NCTO1, NCTO2 et NCTO3), et les trois feuilles de composites NCTO/PVOH à proportion variable de PVOH (NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3). Chacune de ces feuilles est déposée sur chacun des résonateurs fabriqués au moyen d'une très fine couche de spray adhésif. La largeur des substrats a été augmentée pour assurer la planéité du film déposé, et un contact uniforme avec le circuit. La Figure 4-23 montre un exemple de circuit fabriqué avec la feuille diélectrique déposée.

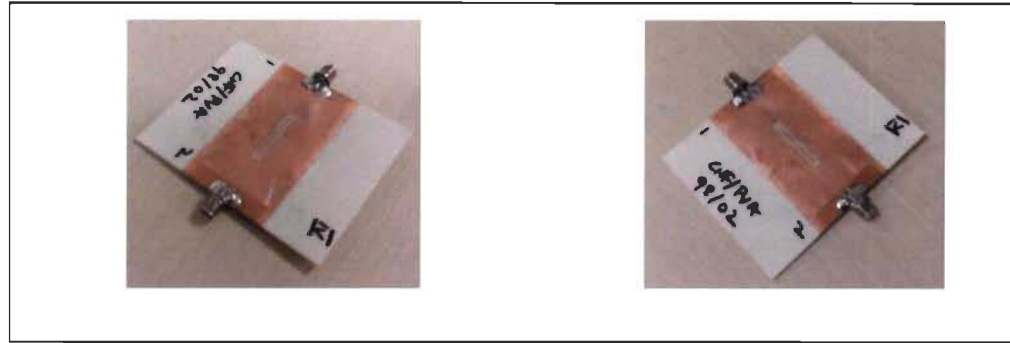


Figure 4-23 : Collage du substrat sensible sur le résonateur CPW

Des décalages en fréquence (Δf_r) observés pour chaque circuit dépendamment de la permittivité des feuilles sensibles déposées sont reportés au Tableau 4-5. De manière logique, en s'appuyant sur les résultats de la section 3.2.3.2 et 3.3.2.1, les feuilles à plus fort grammage de NCTO provoquent un décalage plus important en raison de leur permittivité, leur densité et de leur épaisseur plus élevées. Il en est de même pour les feuilles contenant du PVOH, qui montrent un décalage plus élevé avec la proportion du PVOH.

Tableau 4-5 : Décalages fréquentiels après ajout de feuilles sensibles sur le résonateur

Feuilles	NCTO1	NCTO2	NCTO3	NCTO/PVOH-1	NCTO/PVOH-2	NCTO/PVOH-3
NCTO/PVOH	100-0	100-0	100-0	98-02	96-04	90-10
Épaisseur (μm)	22.6	30.3	36.2	49.7	53	60.2
Δf_r (MHz)	97	71	64	80	105	156

4.2.3 Partie expérimentale et résultats des tests

4.2.3.1 Banc de test à humidité variable

Les tests à humidité variable ont été réalisés grâce au banc présenté à la section 3.2.3.1. Les paramètres environnementaux de test sont donnés à la Figure 4-24. La température et la

pression moyennes sont respectivement de 30 °C et de 14 psi. L'humidité croît graduellement par paliers, de 0 %RH à 100 %RH. Un délai de cinq (5) minutes était nécessaire entre deux (2) mesures dans l'objectif de stabiliser la chambre de test au bout de trois (3) minutes, et favoriser l'absorption de l'humidité par le matériau sensible.

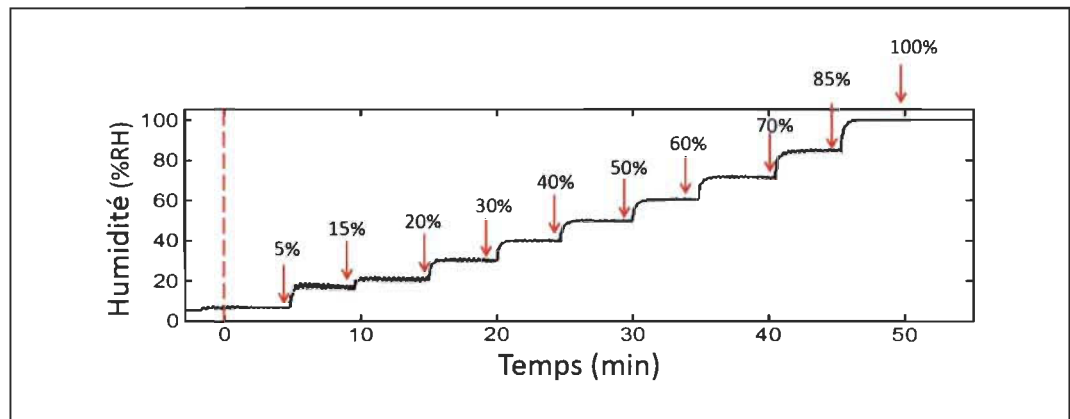


Figure 4-24 : Courbe de variation de l'humidité lors des tests

4.2.3.2 Résultats expérimentaux de la détection d'humidité

La Figure 4-25 et la Figure 4-26 montrent les variations de la fréquence de résonance observées respectivement pour les feuilles sensibles de type NCTO et NCTO/PVOH avec l'humidité. Pour simplifier l'analyse, le Tableau 4-6 effectue un récapitulatif des principaux résultats obtenus, à savoir la sensibilité et la plage dynamique. Chacun des termes $S_{RH}^{f_r}$ désigne la sensibilité du capteur d'humidité par variation de la fréquence de résonance.

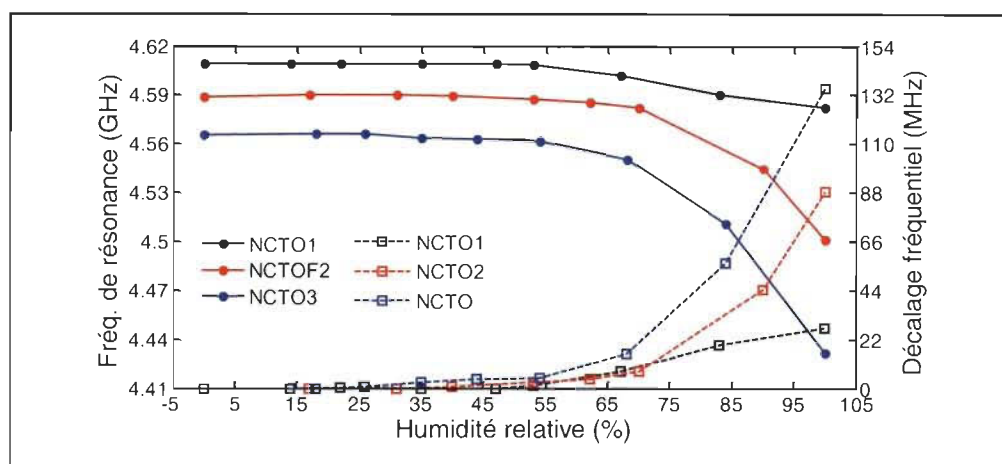


Figure 4-25 : Variation de la fréquence de résonance avec l'humidité pour les feuilles NCTO1, NCTO2 et NCTO3

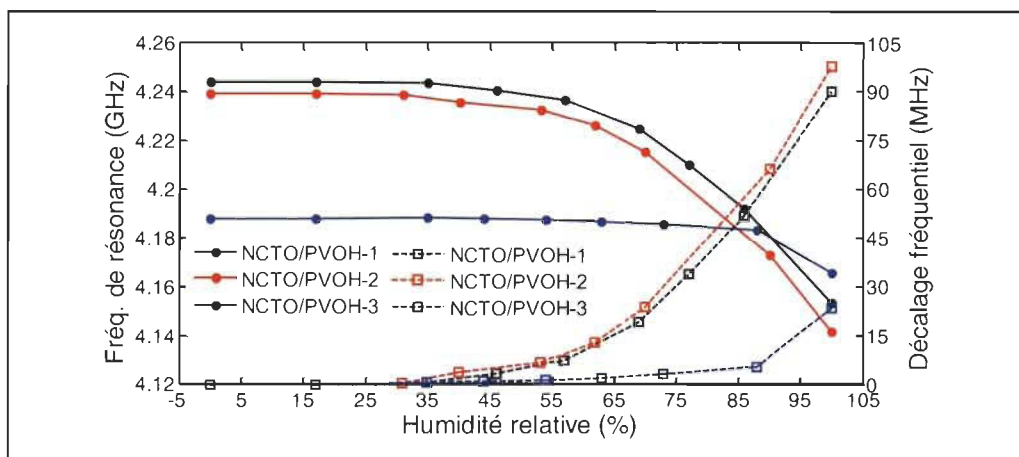


Figure 4-26 : Variation de la fréquence de résonance avec l'humidité pour les feuilles NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2, NCTO/PVOH-3

Tableau 4-6 : Variation de la fréquence de résonance avec les feuilles sensibles

Feuilles sensibles	NCTO1	NCTO2	NCTO3	NCTO/PVOH-1	NCTO/PVOH-2	NCTO/PVOH-3
$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH) 20-55 %RH	-	0.138	0.167	-	-	-
$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH) 30-55 %RH	-	-	-	0.279	0.290	-
$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH) 55-100 %RH	0.645	2.164	2.826	1.851	1.709	-
$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH) 80-100 %RH	-	-	-	-	-	0.912

D'après le Tableau 4-6, le seuil de détection d'humidité est de 20 %RH pour les feuilles de NCTO pur et de 30 %RH pour les feuilles de NCTO/PVOH. Cette différence peut s'expliquer par l'herméticité des feuilles par la présence de molécules de PVOH qui freinent la diffusion des molécules d'eau (voir section 3.3.2.1). L'herméticité du réseau diminue la plage dynamique de détection, de telle sorte qu'elle est réduite à 80 – 100 %RH avec une proportion de 10 % de PVOH. La sensibilité du capteur avec celle de la teneur en NCTO. L'augmentation du grammage correspond ainsi à une augmentation du pouvoir d'absorption de l'eau, cette causalité s'explique par le fait que la concentration de NCTO renforce le caractère hydrophile de la feuille. Parallèlement, à mesure que l'humidité est absorbée, la feuille se sature. Étant insoluble, les effets du gonflement de la feuille se superposent à ceux de l'absorption et la sensibilité augmente. Aux fortes valeurs d'humidité (au-delà de 70 %RH environ), il est possible que la saturation de la feuille limite l'absorption de l'humidité et qu'une très fine couche d'eau se forme à la surface de la feuille. Dans ce cas, la sensibilité augmente drastiquement. La superposition de tous ces mécanismes au fur et à mesure que l'humidité augmente justifie l'augmentation de la sensibilité, et souvent la délimitation en deux régions de sensibilités différentes.

La meilleure sensibilité avec des feuilles de NCTO pur est de 2.826 MHz/%RH sur la plage 55-100 %RH, obtenue avec la feuille au plus fort grammage : NCTO3. La sensibilité de capteurs diminue avec la proportion de PVOH et plafonne à 1.851 MHz/%RH sur la plage 55 – 100 %RH, avec le composite à 2% de PVOH. L'augmentation du grammage de PVOH semble avoir plusieurs effets. En plus d'augmenter l'herméticité des feuilles comme précédemment expliqué, elle augmente considérablement la constante diélectrique des feuilles d'après les décalages fréquentiels mesurés au Tableau 4-5. Une variation relative

beaucoup plus importante de la permittivité est alors nécessaire pour produire les mêmes résultats qu'une feuille à la constante diélectrique plus faible. Par ailleurs, elle augmente la présence de bulles et la concavité des feuilles. Des espaces vides se créent et le contact avec le circuit micro-ondes est moins uniforme. L'influence sur la constante diélectrique effective diminue, et la sensibilité aussi.

Notons cependant que les résultats sont donnés après un délai fixe au détriment de la dynamique des phénomènes d'absorption. Les paramètres tels que le temps de réponse du NCTO et du PVOH ne sont pas prises en compte, même s'il est possible qu'ils modifient les présents résultats au bout d'un certain temps (au bout de 30 minutes par exemple). Dans l'optique de pallier à la lenteur reconnue aux systèmes de détection à partir de feuilles diélectriques, nous nous sommes focalisés sur un temps de réponse fixe de 3 minutes, laissant l'étude de ces aspects à l'initiative des recherches ultérieures. La Figure 4-27 et la Figure 4-28 montrent les variations de la phase de S_{21} pour les mêmes matériaux. Le Tableau 4-7 résume l'ensemble des performances mesurées.

L'analyse effectuée concernant la fréquence de résonance demeure valide également avec la phase de S_{21} à la différence des plages dynamiques. La plage dynamique des NCTO est de 0 – 100 %RH alors que celle des NCTO/PVOH est de 30 – 100 %RH. La frontière entre la région de faible sensibilité et la région de forte sensibilité est 70 %RH. Les meilleurs résultats sont obtenus avec NCTO3 et NCTO/PVOH-1. La sensibilité est respectivement de 0.702 °/%RH et de 0.464 °/%RH, faisant du NCTO3 le substrat le plus sensible sur la plage 70 – 100 %RH.

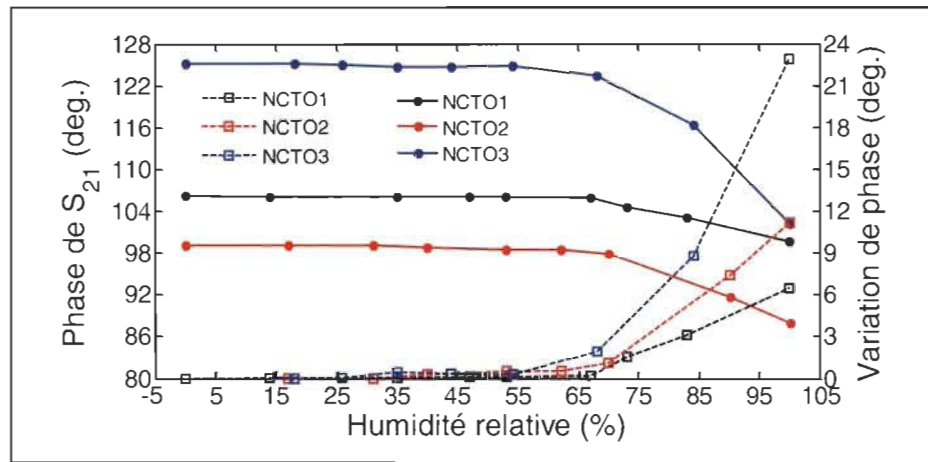


Figure 4-27 : Variation de la phase de S_{21} avec l'humidité pour les feuilles NCTO1, NCTO2 et NCTO3

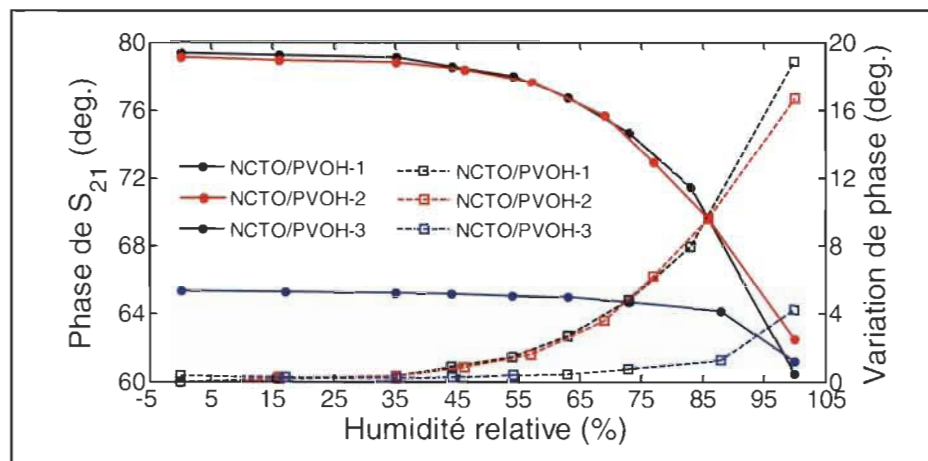


Figure 4-28 : Variation de la phase de S_{21} l'humidité pour les feuilles NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3

Tableau 4-7 : Variation de la phase de S_{21} avec l'humidité pour les feuilles sensibles

Feuilles sensibles	NCTO1	NCTO2	NCTO3	NCTO/PVOH-1	NCTO/PVOH-2	NCTO/PVOH-3
S_{RH}^{ϕ} (MHz/%RH) 0-70 %RH	0.010	0.013	0.025	-	-	-
S_{RH}^{ϕ} (MHz/%RH) 30-70 %RH	-	-	-	0.063	0.046	0.004
S_{RH}^{ϕ} (MHz/%RH) 70-100 %RH	0.192	0.337	0.702	0.464	0.449	0.101

4.2.3.3 Analyse des performances sur la plage dynamique

L'analyse des performances sur la plage dynamique a été effectuée par l'analyse des variations de paramètres S_{11} (Figure 4-29), S_{21} (Figure 4-30) ainsi que des facteurs de mérite correspondants μ (Figure 4-31), et F_ϕ (Figure 4-32).

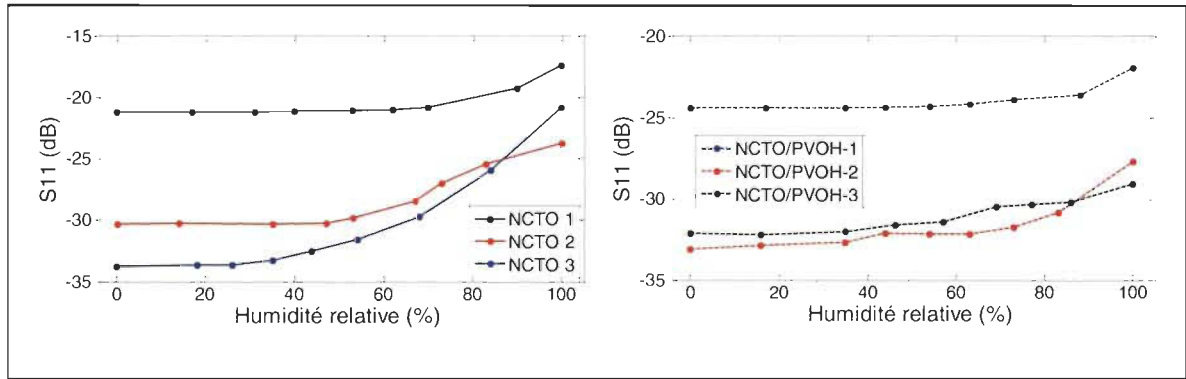


Figure 4-29 : Module de S_{11} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH

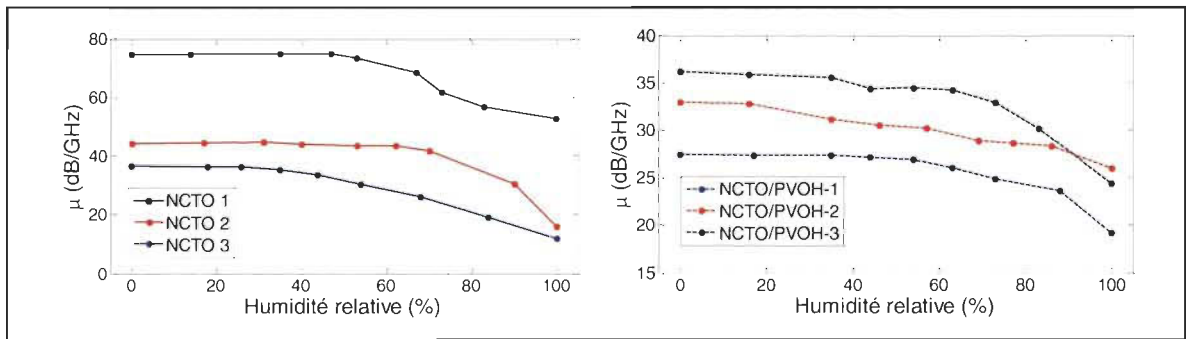


Figure 4-30 : Paramètre μ et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH

La feuille de NCTO la plus sensible est celle du NCTO3, étant donné la démonstration faite que la sensibilité augmente avec la teneur de NCTO. Elle présente par ailleurs une dégradation de 0.36 dB/GHz/%RH sur la plage 35 – 100 %RH, beaucoup plus modérée que celle du NCTO1 sur la plage 53 – 100 %RH qui est de 0.44 dB/GHz/%RH, et celle du NCTO2 qui est de 0.86 dB/GHz/%RH entre 70 %RH et 100 %RH. Le capteur montre ainsi une

meilleure robustesse avec la feuille de NCTO3. Du côté des feuilles composites, la présence de PVOH limite les variations de phase et de fréquence avec l'humidité. Les variations de (μ) sont modérées, avec un maximum à 0.625 dB/GHz/%RH pour le NCTO/PVOH-3 sur la plage 63 – 100 %RH.

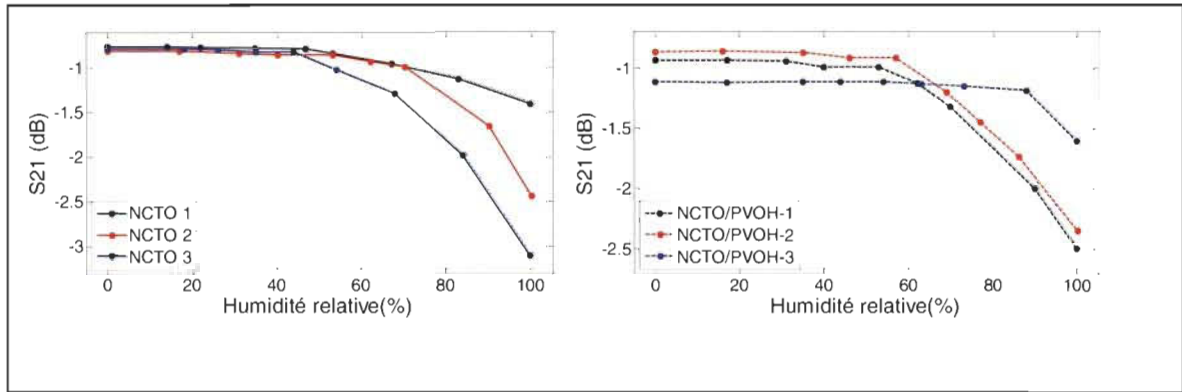


Figure 4-31 : Module de S_{21} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH

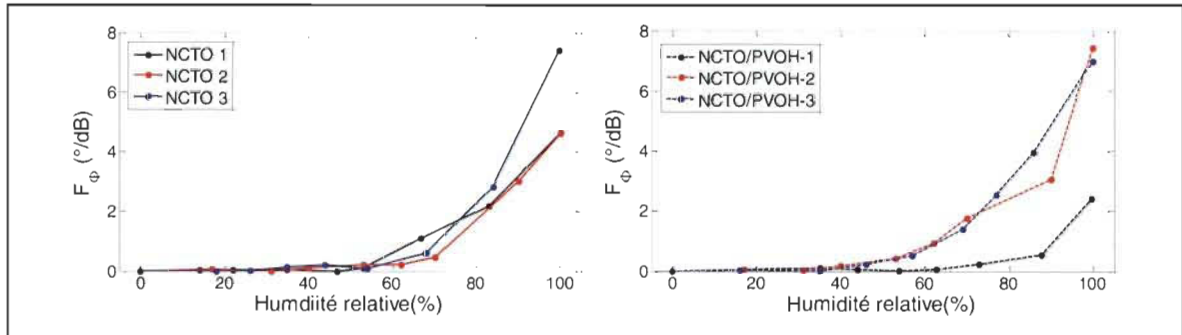


Figure 4-32 : Paramètre F_{ϕ} et humidité pour (a) NCTO et (b) NCTO/PVOH

D'après la Figure 4-31, les pertes des circuits avec toutes les feuilles testées atteignent un maximum de -3.09 dB sur toutes ses plages dynamiques avec les NCTO, démontrant qu'ils peuvent tous être utilisés pour la détection d'humidité jusqu'à 100 %RH. D'après la Figure 4-32, le facteur de mérite (F_{ϕ}) augmente pour les feuilles de NCTO à partir de 50 %RH. La feuille de NCTO3 affiche la meilleure variation, avec un maximum de 7.56 °/dB. Du côté des feuilles composites, les matériaux NCTO/PVOH-2 et NCTO/PVOH-3 de

compositions voisines affichent des courbes voisines. De manière générale, ces matériaux affichent des performances semblables. Le composant NCTO/PVOH-1 demeure le moins sensible. La Figure 4-33 compare la variation relative de la résonance avec la feuille de NCTO3 contenant le plus de NCTO, et la feuille de NCTO/PVOH-1.

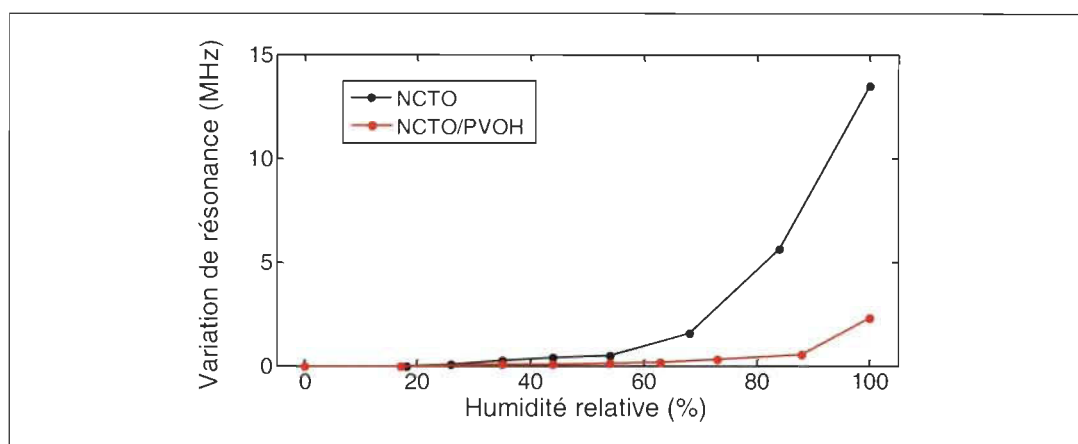


Figure 4-33 : Variation fréquentielle relative des feuilles de NCTO et NCTO/PVOH

La feuille de NCTO affiche une variation relative de 13.5 % contre 2.33 % pour la feuille de NCTO /PVOH. D'après ce qui précède, ce résultat peut s'expliquer par l'herméticité du réseau fibrillaire consécutive à l'intégration de PVOH et par le ralentissement de la diffusion de l'eau à travers les deux réseaux. Les tendances affichées à la Figure 4-33 sont contraires à celles obtenues à la Figure 4-16 pour ce qui est des gels sensibles. Selon notre analyse, c'est la phase physique du matériau qui expliquerait ce résultat. L'eau diffuse plus rapidement à travers la forme humide des gels que la forme sèche des feuilles. Pour une feuille, l'eau interagit en deux temps : un temps de captation et un temps de diffusion. La diffusion est d'autant plus rapide que le réseau de fibres est poreux et humide, créant les conditions d'une continuité électrique. Les principaux résultats sont consignés dans le Tableau 4-8.

Tableau 4-8 : Paramètres micro-ondes des capteurs CPW avec des feuilles de NCTO

Matériaux	NCTO1	NCTO2	NCTO3	NCTO/PVOH-1	NCTO/PVOH-2	NCTO/PVOH-3
Variation fréquentielle (MHz)	27.2	88.7	135.0	97.8	90.5	23.3
Variation de phase (°)	6.49	11.20	22.95	18.89	16.63	4.20
Variation de S_{11} (dB)	3.80	6.52	12.96	2.50	5.33	3.04
$(S_{21})_{max}$ (dB)	-1.40	-2.44	-3.09	-2.50	-2.35	-1.60
F_{ϕ} (°/dB)	4.63	4.59	7.43	7.56	7.07	2.63

4.2.4 Conclusion partielle

L'utilisation des feuilles biodégradables de NCTO pour la détection d'humidité a été validée par l'expérience, suivant des concepts applicables aux technologies à lignes de transmission. Il a été démontré que la sensibilité augmente avec la proportion de NCTO. L'incorporation de PVOH apporte de la solidité mécanique à faible proportion mais finit par altérer la sensibilité aux fortes proportions dans nos conditions de tests. Contrairement aux gels, la sensibilité avec les feuilles composites de NCTO/PVOH diminue à cause de l'état non gélifié des feuilles, de l'herméticité grandissante et du ralentissement de la diffusion à travers le réseau fibrillaire. Deux concepts autour de la variation de fréquence et de la variation de phase ont été démontrés avec succès. Avec des pertes maximales autour de -3 dB, l'utilisation possible de la structure proposée en déphaseur pour la détection a été validée. La meilleure sensibilité est de 0.702 %/%RH sur la plage 70 – 100 %RH, avec une feuille de NCTO3. Il en est de même en fréquence, où la meilleure réponse obtenue avec la feuille de NCTO3 est de 2.82 MHz/%RH sur la plage 55 – 100 %RH.

4.3 Fonctionnalisation par feuille sensible de PTMO

Après l'utilisation du NCTO et du NCTO/PVOH sous forme de gels et de feuilles sensibles, les feuilles à base de PTM sont étudiées dans cette section, couvrant ainsi l'éventail de feuilles produites par traitement chimique ou mécanique de la cellulose, tel que présenté à la Figure 3-1. Contrairement aux précédents matériaux issus d'une hydrolyse acide, les PTM sont en effet issues d'un traitement mécanique. Le premier objectif de cette étude est de démontrer la sensibilité de ces feuilles à l'humidité. Le deuxième objectif est d'étudier l'effet du degré d'oxydation aTEMPO sur les performances de détection. À côté de la proportion de NCTO étudiée à la section précédente, le degré d'oxydation est aussi un important facteur contribuant à augmenter la polarité des feuilles et leur caractère hydrophile. L'idée ici est de continuer à explorer des pistes pouvant orienter l'industrie des matériaux sensibles vers la fabrication de produits favorisant la performance des capteurs. Le principe de fonctionnalisation par feuilles diélectriques sensibles est appliqué de nouveau. Une nouvelle structure est utilisée pour étudier les performances en transmission.

4.3.1 Structure micro-ondes

En supprimant le gap entre le rectangle central et la ligne CPW à la Figure 2-4, la structure obtenue est présentée à la Figure 4-34, correspondant à un résonateur série. Le mode d'opération d'un tel résonateur l'oriente fortement vers l'implémentation des fonctions de détection à travers les mécanismes de transmission. La Figure 4-34 permet d'analyser le fonctionnement du résonateur série en faisant un parallèle avec celui de la Figure 2-4. La

résonance est analysée à partir du signal transmis et non du signal réfléchi. Le facteur de mérite ainsi adapté est illustré à la Figure 4-35.

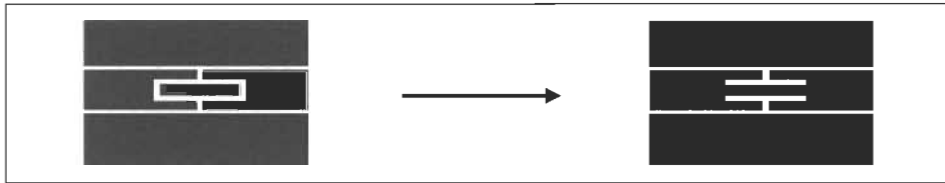


Figure 4-34 : Variante de résonance série pour la détection avec PTMO

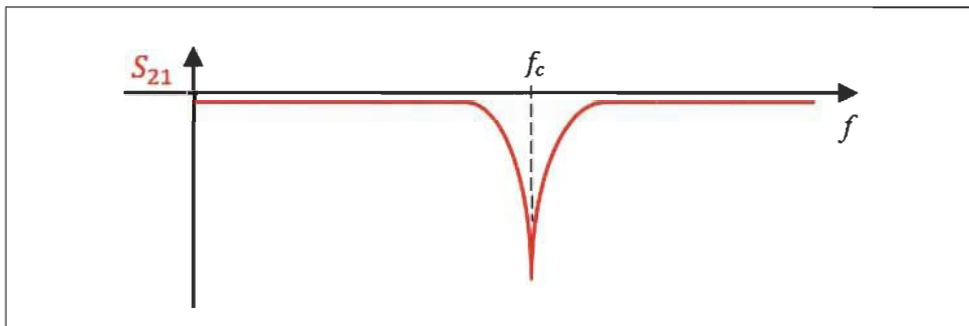


Figure 4-35 : Réponse en fréquence illustrée du résonateur série

Le circuit fonctionne ainsi comme un filtre coupe-bande avec une fréquence de coupure (f_c) telle que $f_c = f_r$. Le circuit peut être évalué avec un facteur de mérite similaire à (μ) tel que présenté à la section 3.3.2.1, en intervertissant S_{11} et S_{21} .

4.3.2 Principe de détection

La Figure 4-36 présente un filtre construit sur le modèle de la Figure 2-4. Le principe de détection est illustré par rapprochement de la Figure 4-36 a) à la Figure 4-36 b). Dans la configuration présentée à la Figure 4-36 b), l'ajout d'une feuille sensible confère au circuit CPW une capacité de détection environnementale selon la nature même de cette feuille. Ici, l'utilisation d'une feuille hydrophile à base de PTMO conduit à la réalisation d'un capteur d'humidité.

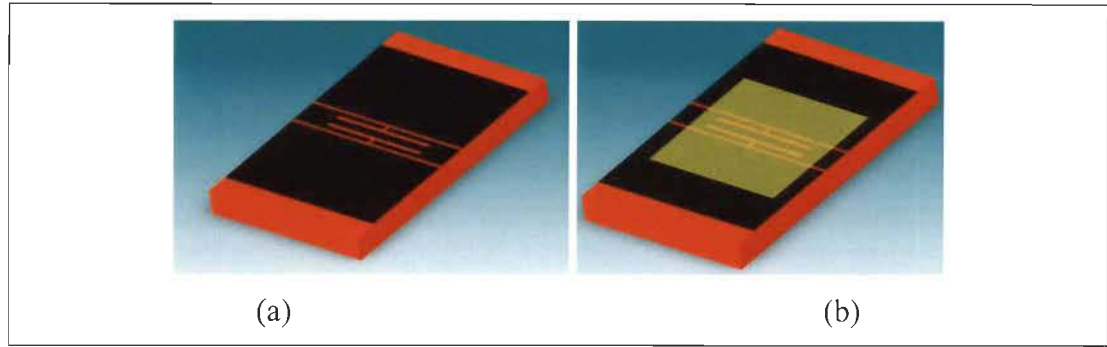


Figure 4-36 : Structure résonante série en technologie CPW pour la détection (a) sans matériau sensible et (b) après dépôt de matériau sensible

La permittivité efficace du circuit de la Figure 4-36 désignée (ε_{eff_PTMO}) est donnée par (4.1), où ε_{r0} est la permittivité du substrat, ε_{rPTMO} est la permittivité de la feuille sensible, q_0 est le facteur de remplissage partiel du substrat et q_{PTMO} est le facteur de remplissage partiel de la feuille diélectrique sensible.

$$\varepsilon_{eff_PTMO} = 1 + q_0(\varepsilon_{r0} - 1) + q_{PTMO}(\varepsilon_{rPTMO} - 1) \quad (4.2)$$

D'après le principe développé à la section 2.2.1.2, l'absorption d'humidité par la feuille modifie ses propriétés diélectriques et en provoque le gonflement. La variation d'humidité est mesurée en transmission, à travers le paramètre S_{21} en module et en phase.

4.3.3 Conception et réalisation du capteur

4.3.3.1 Conception du résonateur série CPW

Autant que les circuits fabriqués à la section 4.2 précédente, le résonateur série a été conçu sur le substrat 4003C de Rogers. Les dimensions de la ligne CPW pour fixer

l'impédance caractéristique à $50\ \Omega$ sont les mêmes : $s = 0.254\ \text{mm}$, $W = 4.15\ \text{mm}$ et $G = 14\ \text{mm}$. La fréquence de résonance simulée est déterminée de façon analogue à celle des résonateurs de la Figure 2-4. La structure résonne lorsque $X \cong \lambda/4$. Le résonateur série a été simulé selon la géométrie présentée à la Figure 4-37. La fréquence de résonance simulée est $f_r = 3.783\ \text{GHz}$, avec $S_{11} = -0.065\ \text{dB}$.

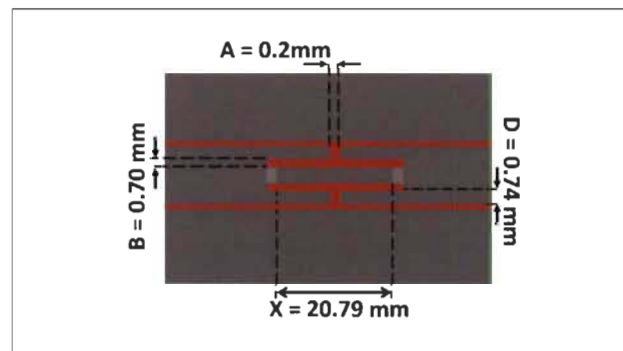


Figure 4-37 : Dimensions du résonateur série

4.3.3.2 Analyse EM

Pour évaluer la répartition de l'énergie EM le long du spectre fréquentiel, la distribution de puissance a été analysée entre la fréquence de résonance et la fréquence de 4.8 GHz, éloignée de plus de 1 GHz. Les résultats avec code de couleur sont présentés à la Figure 4-38.

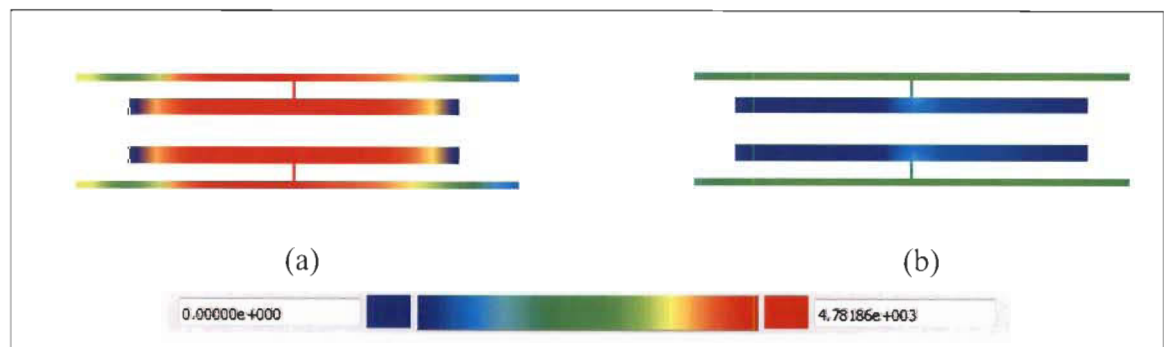


Figure 4-38 : Distribution des champs EM du filtre (a) à la résonance et (b) à 4.8 GHz.

À l'analyse de la Figure 4-38, les conclusions suivantes peuvent être tirées. Hors la résonance, le signal électrique traverse la structure à travers les gaps de la ligne CPW, tel que présenté à la Figure 4-38 b). À mesure que la fréquence se rapproche de la résonance, le signal est aspiré dans les fentes. À la fréquence de résonance, pratiquement tout le signal est localisé dans le filtre et aucun signal n'est transmis comme le montre la Figure 4-38 a). Cette analyse confirme le comportement anticipé pour le circuit en résonance série, et justifie la zone de dépôt de la feuille sensible.

4.3.3.3 Réalisation du filtre CPW

Le substrat 4003C a été usiné au GÉGI pour fabriquer le résonateur de la Figure 4-39. Après la soudure des connecteurs SMA, les paramètres S du circuit ont été mesurés grâce à un analyseur de réseaux. Trois (3) résonateurs ont été fabriqués pour tester chacune des feuilles sensibles présentées à la section 3.4.1 : PTM, PTMO-I et PTMO-II. Les dimensions finales sont de 3 cm x 5 cm. La Figure 4-40 montre la comparaison entre la simulation et la mesure du résonateur dans les conditions ambiantes.

La fréquence de résonance mesurée est ($f_r = 3.784$ GHz), de 1 MHz différente de la fréquence simulée, ce qui est satisfaisant. Le paramètre mesuré est $S_{11} = -0.261$ dB, avec une différence de 0.2 dB par rapport à la simulation, attribuable aux pertes rajoutées par les connecteurs de mesure.

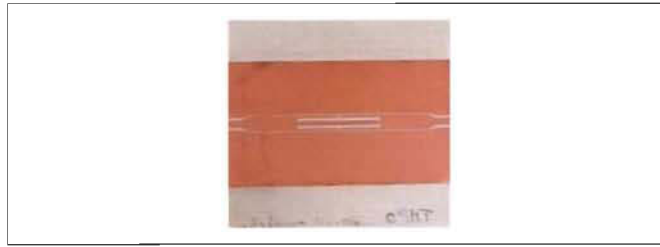


Figure 4-39 : Photo du résonateur série fabriqué

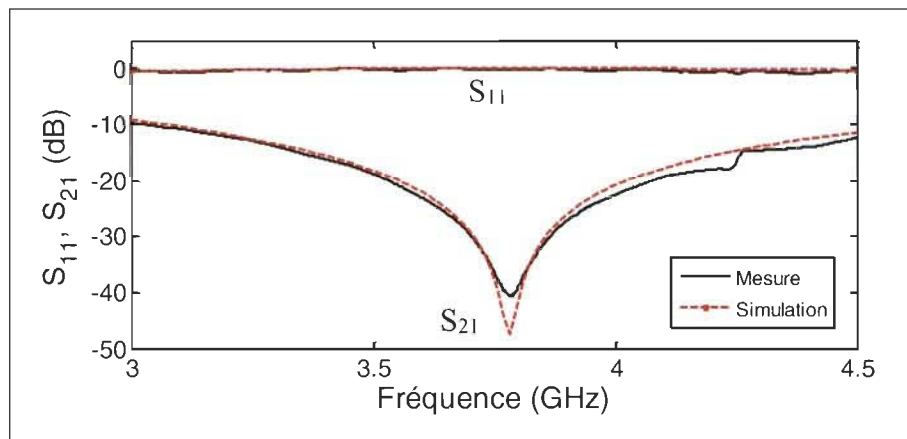


Figure 4-40 : Paramètres S_{11} et S_{21} du résonateur

4.3.3.4 Intégration de la feuille sensible

Après avoir fabriqué les résonateurs série, les feuilles sensibles de PTM, PTMO-I et PTMO-II ont été déposées chacune sur un résonateur, à l'aide d'une fine couche de spray adhésif. La Figure 4-41 montre les capteurs formés du filtre et des feuilles sensibles.

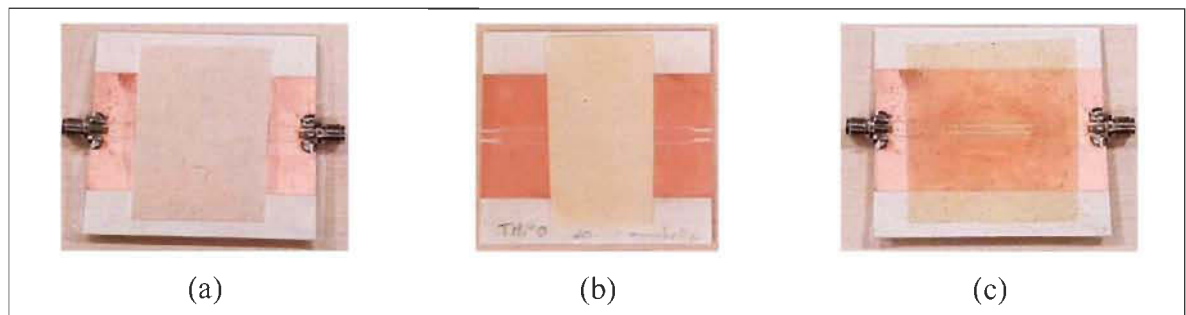


Figure 4-41 : Filtres fabriqués recouverts de (a) PTM, (b) PTMO-I et (c) PTMO-II

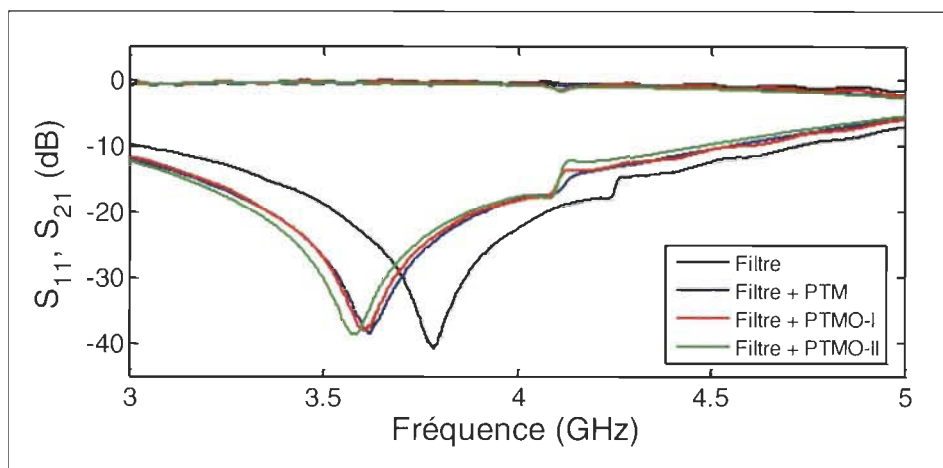


Figure 4-42 : Paramètres S du résonateur série avec PTM, PTMO-I et PTMO-II

Les décalages fréquentiels traduisent l'influence diélectrique de chaque feuille, et démontrent la présence des matériaux sensibles correspondants. Partant de 3.784 GHz en l'absence de matériau sensible, la fréquence de coupure passe à 3.617 GHz avec le PTM, à 3.603 GHz avec la PTMO-I, et à 3.574 GHz avec la PTMO-II. Les décalages fréquentiels mesurés sont cohérents avec les permittivités relatives déterminées à la section 3.2.3.2. Le Tableau 4-9 résume le type de feuille, son degré d'oxydation et son épaisseur.

Tableau 4-9 : Décalages fréquentiels après ajout des films sensibles

Feuilles	PTM	PTMO-I	PTMO-II
Taux de COO^- (mmol/kg)	80	1164	2233
Épaisseur (mm)	0.30	0.10	0.05
Δf_r (MHz)	167	181	210

4.3.4 *Partie expérimentale et résultats*

4.3.4.1 **Banc de test**

La sensibilité des résonateurs série surmontés de feuilles à base de PTM a été testée de manière identique à celle des feuilles de résonateurs CPWG à la section 5.1. Le dispositif est formé de boîtes à humidité contrôlée par des solutions salines saturées. La plage couverte est 24 – 76.5 %RH avec la feuille de PTM, 24.2 – 75.4 %RH pour la feuille de PTMO-I, et 23.8 – 76.2 %RH pour la feuille de PTMO-II. La réduction de la plage dynamique est liée à l'intense utilisation des sels, dont la capacité à maintenir les teneurs d'humidité initiales diminue avec le temps d'utilisation du kit.

4.3.4.2 **Réponse en humidité du filtre CPW avec PTM**

Suite aux mesures effectuées, la Figure 4-43 montre les réponses en humidité du résonateur série pour les feuilles PTM, PTMO-I, et PTMO-II en fréquence. La Figure 4-44 pour sa part montre les réponses en phase correspondantes.

L'effet de l'oxydation apparaît nettement à l'observation de la Figure 4-43 et de la Figure 4-44. La sensibilité augmente fortement dans les réponses fréquentielles à partir de 50 %RH pour les feuilles oxydées de PTMO, et à partir de 65 %RH pour la PTM. Cette différence s'explique par une absorption plus abondante du matériau oxydé, qui possède un taux de carboxyles plus important. Au final, la variation totale avec la PTMO-II est 352 MHz, contre 281 MHz pour la PTMO-I et 76.5 MHz pour la PTM.

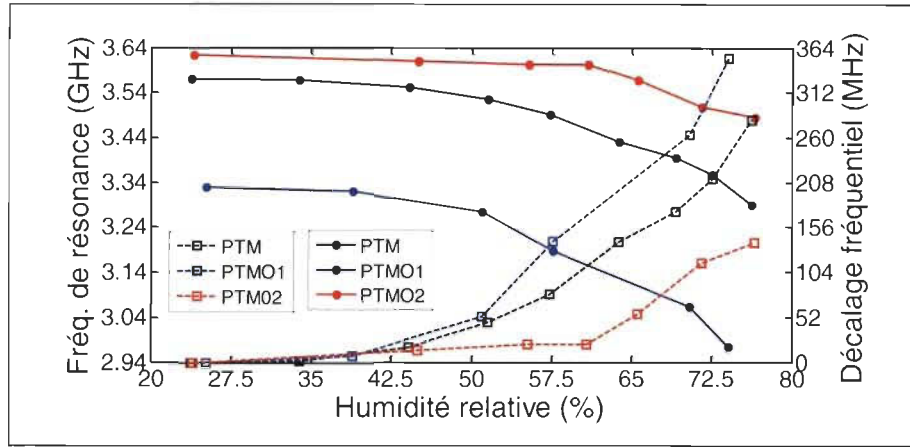


Figure 4-43 : Variation de la résonance avec l'humidité pour PTM, PTMO-I et PTMO-II

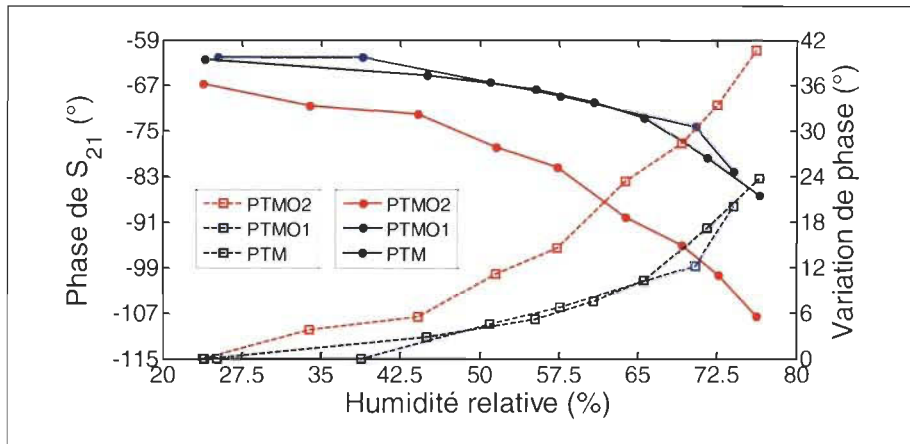


Figure 4-44 : Variation de la phase de S_{21} avec l'humidité pour PTM, PTMO-I et PTMO-II

Tableau 4-10 : Variation de la fréquence de résonance avec les feuilles sensibles

Matériaux	Variation fréquentielle		Variation de phase	
	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)
PTM	24-60.8 %RH	60.8-76.5 %RH	0-70 %RH	0-70 %RH
	0.615	7.763	0.193	1.054
PTMO-I	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)	S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)
	25.2-51 %RH	51-74.1 %RH	22.8-57.3 %RH	57.3-76.2 %RH
	2.026	9.044	0.410	1.326
PTMO-II	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)	$S_{RH}^{f_r}$ (MHz/%RH)		S_{RH}^{ϕ} (°/%RH)
	22.8-51.5 %RH	51.5-76.2 %RH		38.8-74.1 %RH
	2.557	12.10		1.726

La sensibilité au-delà de 50 %RH est de 7.76 MHz/%RH pour la PTM, 9.044 MHz/%RH pour la PTMO-I et 12.10 MHz/%RH pour la PTMO-II. L'effet de l'oxydation se fait aussi ressentir au niveau des réponses en phase, où la feuille de PTMO-II est également la plus sensible. Cette feuille étant mince et fortement oxydée, l'absorption d'humidité en provoque une saturation plus rapide favorisant la transmission des ondes EM sur une plus large plage dynamique. Sa sensibilité est de 1.726 °/%RH entre 38.8 %RH et 74.1 %RH. Pour les feuilles de PTM et de PTMO-I, la sensibilité plafonne à 1.326 °/%RH entre 57.3 %RH et 76.2 %RH pour la PTMO-I. Les sensibilités et les plages dynamiques pour chaque feuille sont présentées au Tableau 4-10.

4.3.4.3 Analyse de la performance

L'analyse de la performance est réalisée en considérant les approches applicables aux résonateurs. Les variations de S_{21} à la Figure 4-45 a) concordent avec un changement rapide du facteur de mérite à la Figure 4-46 a). La feuille PTMO-II qui interagit le plus fortement avec l'humidité affiche une variation plus grande. Sur la plage 33.9 – 76.2 %RH, le facteur (μ) pour PTMO-II varie avec une pente 0.449 dB/GHz/%RH, contre 0.305 dB/GHz/%RH sur la plage 38.8 – 74.1 %RH pour PTMO-I. Par ailleurs, les pertes d'insertion du capteur augmentent jusqu'à -4.4 dB avec PTMO-I à 75 %RH. Cette valeur reste cependant assez faible et permet de valider l'utilisation du circuit en tant que déphaseur. Le facteur de mérite en phase est plus élevé avec PTMO-II, soit 14.45 °/dB, confirmant sa forte sensibilité comparativement aux autres feuilles sensibles. Le Tableau 4-11 résume les principaux résultats obtenus avec les feuilles à base de PTM.

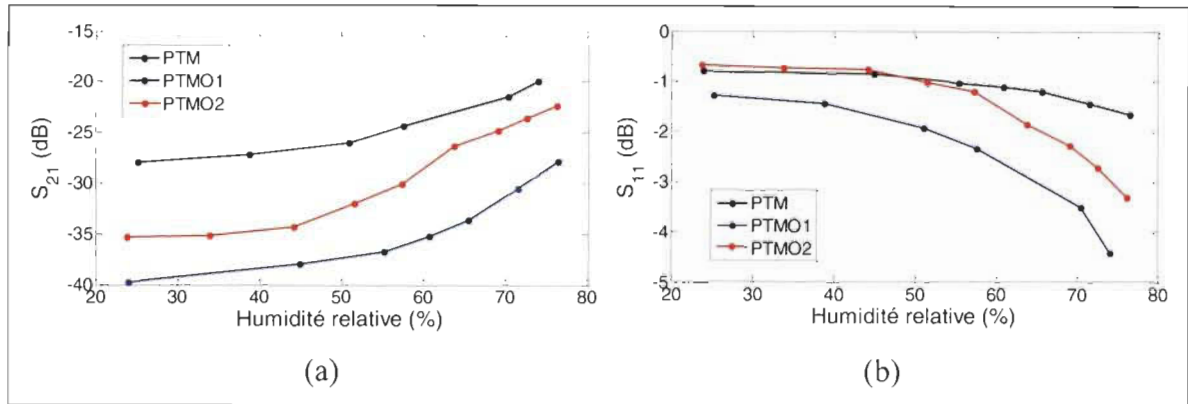


Figure 4-45 : Module des paramètres S et humidité pour les feuilles de PTM, PTMO-I et PTMO-II (a) S_{21} et (b) S_{21}

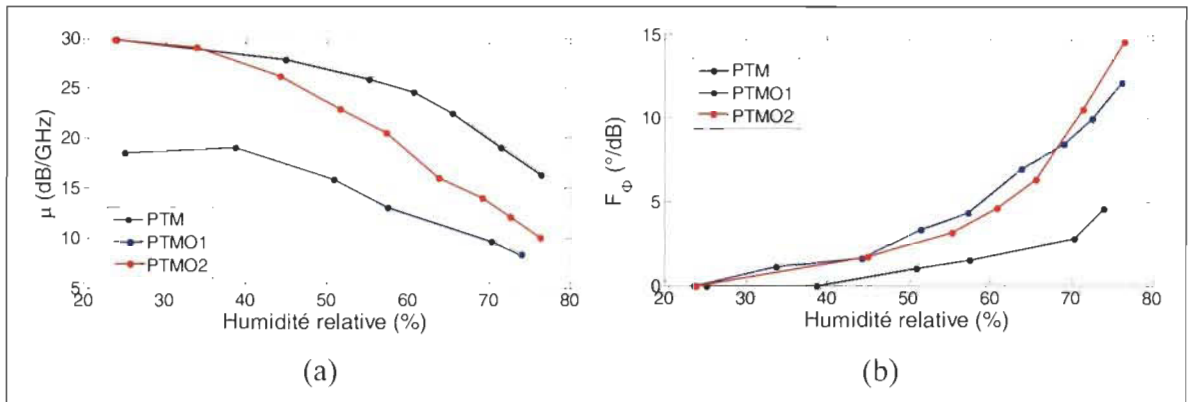


Figure 4-46 : Figures de mérite et humidité pour les feuilles de PTM, PTMO-I et PTMO-II (a) S_{21} et (b) S_{21}

Tableau 4-11 : Comparatif des performances des feuilles sensibles avec la littérature

Matériaux sensibles	PTM	PTMO-I	PTMO-II
Décalage fréquentiel total (MHz)	76.5	281	352
Variation totale de la phase de S_{21} (°)	23.78	40.79	17.19
Pertes maximales (dB)	-1.645	-3.317	-4.410
μ minimal	16.28	10.02	8.219
F_{ϕ} maximal (°/dB)	14.45	12.08	4.573

4.4 Comparaison

Quelques travaux utilisant des feuilles sensibles aux fréquences micro-ondes ont été recensés dans la littérature et intégrés dans le Tableau 4-12 à des fins de comparaison. Principalement trois (3) feuilles diélectriques sensibles ont été étudiées pour la détection d'humidité : Kapton, PVOH et papier PEL. Trois (3) principes ont été exploités avec des technologies sans fil : (i) la variation de la fréquence de résonance par mesure radar, (ii) la variation de la fréquence de résonance avec des lignes de transmission et (iii) la variation de la puissance émise par un tag RFID. Les meilleures performances sont obtenues avec les structures résonantes. La sensibilité augmente avec le facteur de qualité, croissant des faibles valeurs des résonateurs LC aux fortes valeurs pour les résonateurs radar, en passant par les résonateurs en lignes de transmission. Ainsi, les résultats avec le Kapton, le PVOH et le papier PEL sont respectivement de 0.53 MHz/%RH, 1.68 MHz/%RH and 6.75 MHz/%RH. À technologies identiques, le PVOH affiche de meilleurs résultats grâce à sa forte polarité. Son caractère non biodégradable les rend cependant inconsistants dans le cadre d'une marche visant la préservation de l'environnement. Cette thèse introduit deux feuilles sensibles et biodégradables pour la détection d'humidité : la feuille chimiquement traitée de NCTO3 dont le grammage a été optimisé pour améliorer la sensibilité, et la feuille mécaniquement traitée de PTMO-II dont le degré d'oxydation a été optimisé. En plus de leur caractère biodégradable, ces feuilles affichent les meilleures sensibilités pour les technologies à lignes de transmission. De façon générale, elles sont plus sensibles à partir de 50 %RH : 2.82 MHz/%RH pour NCTO3 en réflexion, et 12.1 MHz/%RH pour le PTMO-II en transmission.

Tableau 4-12 : Comparatif des performances des feuilles sensibles en fréquence avec la littérature

Substrats	Variation fréquentielle (MHz/%RH)	Plage dynamique (%RH)	Structures micro-ondes	Réf.
Kapton	0.20	11 – 97	Tag RFID à barres parallèles	[47]
	0.64	80 – 90	SIR	[97]
	1.68	50 – 90	Résonateur ELC	[65]
	1.36	35 – 85	Résonateur ELC	[98]
PVOH	6.75	35 – 85	Résonateur ELC	[65]
	5.35	50 – 100	PVOH sur IDT	[96]
Papier PEL	0.53	20 – 90	Résonateur LC	[48]
NCTO3	0.17	20 – 55	Résonateur CPW	Cette thèse
	2.82	55 – 100		
PTMO-II	2.56	25 – 51	Résonateur série CPW	
	12.1	51 - 76		

Dans le Tableau 4-13 traitant de la phase, les performances sont affichées mais ne sont pas comparables en l'absence de tels travaux de la littérature. La feuille de PTMO-II affiche une sensibilité plus élevée que celle de NCTO3.

Tableau 4-13 : Comparatif des performances des feuilles sensibles en phase avec la littérature

Substrats	S21 Phase (°/%RH)	Plage dynamique (%RH)	Structures micro-ondes	Réf.
NCTO3	0.025	0 – 70	Résonateur CPW	Cette thèse
	0.700	70 – 100		
PTMO-II	0.410	23 – 57	Résonateur série CPW	
	1.726	57 - 76		

Les feuilles de NCTO3 et PTMO-II possèdent une meilleure sensibilité que le Kapton et le papier PEL. L'étude de leur imprimabilité pour une utilisation comme substrat en impression s'avère pertinente. Il en est de même pour toutes feuilles utilisées dans ce chapitre et affichant des performances de détection comparables à celles de la littérature.

4.5 Conclusion du chapitre

Au terme de ce chapitre, l'utilisation de nouveaux matériaux pour la fonctionnalisation de circuits micro-ondes à l'humidité a été démontrée. Les preuves de concept ont été réalisées en s'appuyant sur la technologie à lignes de transmission CPW. Combinée à l'insertion des fentes, cette technologie a permis l'implémentation d'approches de détection basées sur la répartition et la canalisation de l'énergie à travers les cavités creusées dans le conducteur. Les zones d'intégration des matériaux sensibles ont ainsi été justifiées par ces analyses pour maximiser les performances de détection. Les gels et des feuilles biodégradables à base de NCTO et de PTMO ont été testés avec succès. Les circuits réalisés ont permis la détection d'humidité par des réponses fréquentielles, mais aussi par des réponses en phase propres au fonctionnement des technologies à lignes de transmission. Les trois variantes de résonateurs fabriqués visaient d'une part leur capacité d'intégration dans des technologies de fabrication très répandues, et d'autre part leur flexibilité d'utilisation dans les structures fonctionnant en réflexion ou en transmission. Les performances de détection sont semblables et pour la plupart meilleures comparées aux capteurs en lignes de transmission proposées par la littérature, notamment pour la PTMO-II qui atteint une sensibilité de 12.1 MHz/%RH sur la plage 51 – 74 %RH, et 1.326 °/%RH sur la plage 57 – 76 %RH.

Par ailleurs, certains facteurs ont été analysés tout au long de ce chapitre afin d'orienter l'industrie de matériaux sensibles vers la fabrication de produits performants. Primo, les phases physiques du NCTO sous formes de gel et de feuilles sensibles ont démontré une fonctionnalisation efficace avec les structures proposées, à travers cependant des principes de détection différents. Secundo, une amélioration des performances a été observée avec le grammage de NCTO. De plus, l'influence de la proportion du PVOH selon cette phase solide a été étudiée, faisant ressortir une nette amélioration de la sensibilité à partir de 50 %RH pour les gels du PVOH, et une nette dégradation des performances pour les feuilles sensibles. Tercio, l'influence du degré d'oxydation a également été étudiée. Il en ressort que le procédé d'oxydation contribue au raffinement des fibres et augmenter la polarité des feuilles. L'étape suivante est l'analyse des approches efficaces en vue de transposer tous ces concepts aux technologies d'impression, afin d'associer le caractère biodégradable des matériaux à la simplicité et la rapidité des techniques d'impression.

5. Transposition des concepts de fonctionnalisation en impression

La proposition des concepts de fonctionnalisation efficaces dans la cadre de l'impression reste un défi. Les résultats du chapitre 3 sur les matériaux sensibles ont démontré la capacité d'intégrer des matériaux sous plusieurs phases physiques pour la détection. Une partie de ces matériaux a été validée au chapitre 4. Ce chapitre présente la transposition de ces concepts aux technologies d'impression. Les étapes d'appropriation des techniques d'impression sont détaillées. L'expérience acquise a été mise à profit pour proposer et optimiser un procédé typique adopté dans le cadre de cette thèse. La réalisation d'approches uniques tel que le capteur à substrat sensible et encre sensible sont validées par prototypage et sous test à humidité variable. Un nouveau substrat sensible et biodégradable est introduit.

5.1	Appropriation des technologies d'impression	169
5.1.1	Les défis liés à l'impression	169
5.1.2	Historique d'appropriation	173
5.1.3	Procédé typique dans la thèse	180
5.2	Capteur d'humidité imprimé par substrat sensible	182
5.2.1	Détection par impression directe sur substrat sensible	182
5.2.2	Conception et réalisation du capteur	185
5.2.3	Résultats expérimentaux	190
5.3	Nouveau substrat biodégradable pour la détection d'humidité	192
5.3.1	Imprimabilité des feuilles à base de NCTO et PTMO	193
5.3.2	Conception et réalisation du capteur	199
5.3.3	Partie expérimentale et résultats	202
5.4	Capteur d'humidité par conductivité électrique du NCTO/PPy	204
5.4.1	Principe de détection	205
5.4.2	Matériau sensible	206
5.4.3	Conception et réalisation du capteur	206
5.4.4	Partie expérimentale et résultats	216

5.1 Appropriation des technologies d'impression

L'intérêt envers les techniques d'impression est relativement récent dans les universités. Avant le début de cette thèse, aucun travail sur la réalisation de circuits micro-ondes imprimés sur substrats flexibles n'avait été effectué à l'université du Québec à Trois-Rivières. Tout était à mettre en place. Cette mise en place a été motivée par l'objectif de proposer une solution de fabrication à faible coût et totalement passive applicable aux capteurs micro-ondes. Elle se déployait dans un contexte favorable tenant compte (i) de l'expertise en technologies de détection EM développée au LMST, (ii) de l'expertise en matériaux potentiellement sensibles acquise au département de génie chimique, et (iii) des capacités d'usinage du centre de recherche sur les matériaux lignocellulosiques de l'UQTR (ci-après désigné "CRML"). Toutes ces composantes ont été mises à contribution pour l'avancement de cette recherche. De manière chronologique, la première étape a consisté à l'imprégnation des différentes techniques d'impression, des matériaux utilisés, des procédés de fabrication et des appareillages associés. Les défis d'appropriation, la familiarisation aux technologies d'impression micro-ondes incluant leur déploiement en laboratoire ainsi que l'historique aboutissant au procédé typique adopté sont développés dans ce chapitre.

5.1.1 Les défis liés à l'impression

5.1.1.1 Imprimabilité des substrats

Dans le cadre de cette thèse, l'imprimabilité caractérise la capacité d'un substrat à permettre l'adhésion d'une encre à travers les technologies d'impression, et favoriser les performances de détection aux fréquences micro-ondes. Elle dépend minimalement de

certains critères qui, selon la technique d'impression choisie, doivent être pris en compte. En voici quelques-uns :

- l'énergie de surface du substrat, qui doit être supérieure à la tension de surface de l'encre pour assurer l'adhésion [99]. Dans certains cas, elle détermine la technique d'impression utilisable. Les encres de sérigraphie sont par exemple beaucoup plus visqueuses que des encres d'impression par jet d'encre.
- la tolérance en température qui détermine les limites de frittage thermique du substrat. Elle est caractérisée par la température de transition vitreuse, à laquelle s'opère un changement d'état de la feuille [100]. Les meilleures conductivités étant obtenues aux plus hautes températures de frittage [26], les substrats à forte tolérance thermique sont les plus recommandés pour l'impression de capteurs micro-ondes.
- l'épaisseur du substrat qui influence les pertes micro-ondes et la solidité mécanique. La manipulation des substrats fins est délicate et la tenue mécanique des composants électroniques intégrés est difficile. Par contre, un substrat épais génère des pertes diélectriques et réduit la flexibilité. Un compromis est donc nécessaire.
- la planéité du substrat qui favorise une répartition uniforme de l'encre déposée. La présence de concavités, trous ou aspérités peut créer des îlots sans encre qui dénaturent la fonction micro-ondes réalisée par le circuit imprimé et, parfois, créent un court-circuit ou une discontinuité du signal.
- la tolérance chimique qui traduit la sensibilité du substrat aux gaz et autres produits chimiques. Il ne s'agit pas purement d'un critère d'adhésion mais un catalyseur de la détection au sens large. Les capteurs ne doivent interagir avec l'environnement qu'à travers la structure imprimée.

5.1.1.2 Détermination des recettes de frittage

Trouver la recette de frittage optimale adaptée à un substrat et une encre peut constituer un défi. Aux fréquences micro-ondes, il est important d'atteindre la meilleure conductivité car les performances du capteur imprimé en dépendent. Dans notre cas, la qualité du frittage sera évaluée par le ratio σ'_{Ag}/σ_{Ag} où σ_{Ag} est la conductivité de l'argent et σ'_{Ag} est la conductivité de l'argent imprimé et fritté. La démarche part de la recette de frittage de l'encre lorsqu'elle existe, c'est-à-dire fournie par le fabricant. Elle doit ensuite être testée avec le nouveau substrat et comparée à la fiche technique pour validation. Des ajustements peuvent ensuite être effectués selon la durée et la température de frittage thermique, ou la période et le pic d'impulsion de frittage photonique, etc.

5.1.1.3 Tenue mécanique des substrats

Les capteurs imprimés sont flexibles et se déforment au cours de la mesure. En conséquence, les résultats changent en fonction de la courbure et ne sont pas consistants. La stabilité mécanique des circuits étant une condition à la validité des mesures, la fabrication d'un support mécanique pour les substrats était nécessaire. Les variables environnementales ont pu ainsi être mesurées dans les mêmes conditions. Par ailleurs, des connecteurs super SMA réutilisables de faible bruit et haute précision 292-05A-5 de *Southwest Microwave* ont été vissés sur les supports. La Figure 5-1 montre un exemple de circuits imprimés montés sur support avec connecteurs.

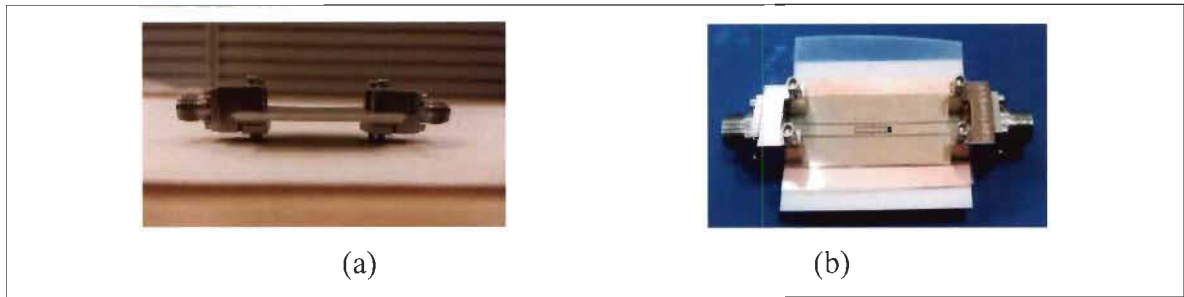


Figure 5-1 : Résonateur imprimé sur support mécanique (a) vu de côté, (b) vu de dessus



Figure 5-2 : Kit PCB pour la calibration TRL

5.1.1.4 Mesure des circuits imprimés

Lors des tests, les premières mesures effectuées étaient imprécises et considérablement bruitées. Plusieurs éléments rajoutés tels que les connecteurs, les transitions et les câbles nuisaient à la qualité des mesures. La nécessité d'une calibration de haute précision est tout de suite apparue évidente. Une calibration TRL (*Throuh-Reflect-Line*) a ainsi été réalisée. Elle permet de ramener la mesure juste aux extrémités du résonateur [101, 102], sans tenir compte des composants additionnels. Suite à l'application de cette méthode, la précision a en effet grandement augmenté, et le bruit a grandement diminué. L'un des kits de calibration TRL que nous avons conçus, fabriqués et utilisés est présenté à la Figure 5-2.

5.1.2 Historique d'appropriation

L'appropriation des techniques d'impression s'est faite de manière progressive : jet d'encre, jet d'aérosol et sérigraphie. L'objectif était d'explorer toutes les méthodes disponibles par l'expérience, afin de choisir celle qui correspond le mieux à nos critères : simplification des procédés, diminution des pertes et capacité d'intégration dans les processus industriels.

5.1.2.1 Impression à jet d'encre

La technique d'impression par jet d'encre était le point de départ de l'exploration de techniques d'impression. Elle a été étudiée à plusieurs endroits, en débutant par le LMST. L'appareillage utilisé était un kit de développement de la compagnie *Novacentrix*, utilisant une imprimante grand public. L'imprégnation à cette technique s'est par la suite poursuivie dans d'autres laboratoires, utilisant des imprimantes fabriquées par d'autres fournisseurs : une imprimante DMP2851 de *Dimatix* à l'université du Québec à Montréal (UQAM), et une imprimante X-Series de *Ceradrop* au *Luxembourg Institute of Technology* (LIST) en Europe. Toutes ces imprimantes ont été testées avec l'encre d'argent JS-B25P de *Novacentrix*, ainsi que des substrats Novele IJ-220 à base de PET, traités sur une face pour favoriser l'adhésion d'encre. Des tests d'adhésion ont pu être réalisés avec toutes les imprimantes. Cependant, seuls les circuits imprimés au LMST ont pu être frittés avec la disponibilité du four. En phase d'apprentissage, la principale difficulté était de trouver la recette de frittage optimale pour le substrat et l'encre concernés. La température de transition vitreuse du PET est $T_g = 120\text{ }^{\circ}\text{C}$. Avec l'aide d'un stagiaire, la recette a été déterminée à un chauffage à $118\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 3 h.

La résistance électrique obtenue était de $R_S = 150.9 \text{ m}\Omega/\square$. La Figure 5-3 montre un résonateur et une ligne CPW imprimés grâce au kit de développement, et frittés selon la méthode optimale. La résolution étant de $120 \mu\text{m}$, les dimensions de la ligne sont $W = 4.16 \text{ mm}$, $s = 0.3 \text{ mm}$, et $G = 12 \text{ mm}$. Les dimensions du résonateur suivant la Figure 2-4 sont : $A = 0.787 \text{ mm}$, $B = 0.500 \text{ mm}$, $C = 0.513 \text{ mm}$, $D = 0.500 \text{ cm}$, et $X = 17.07 \text{ mm}$.

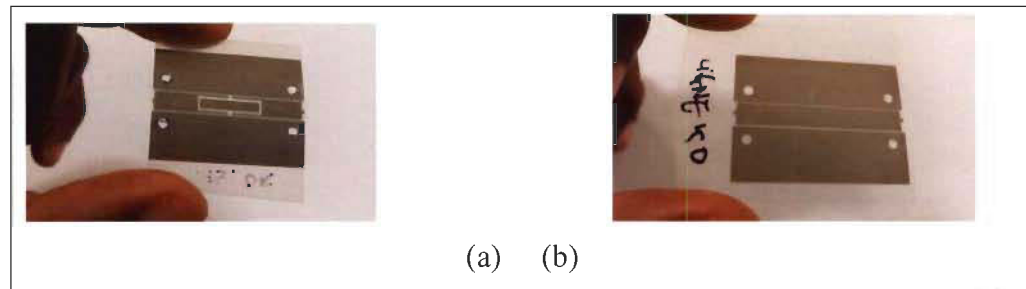


Figure 5-3 : Impression par kit Novacentrix (a) résonateur ; (b) ligne CPW

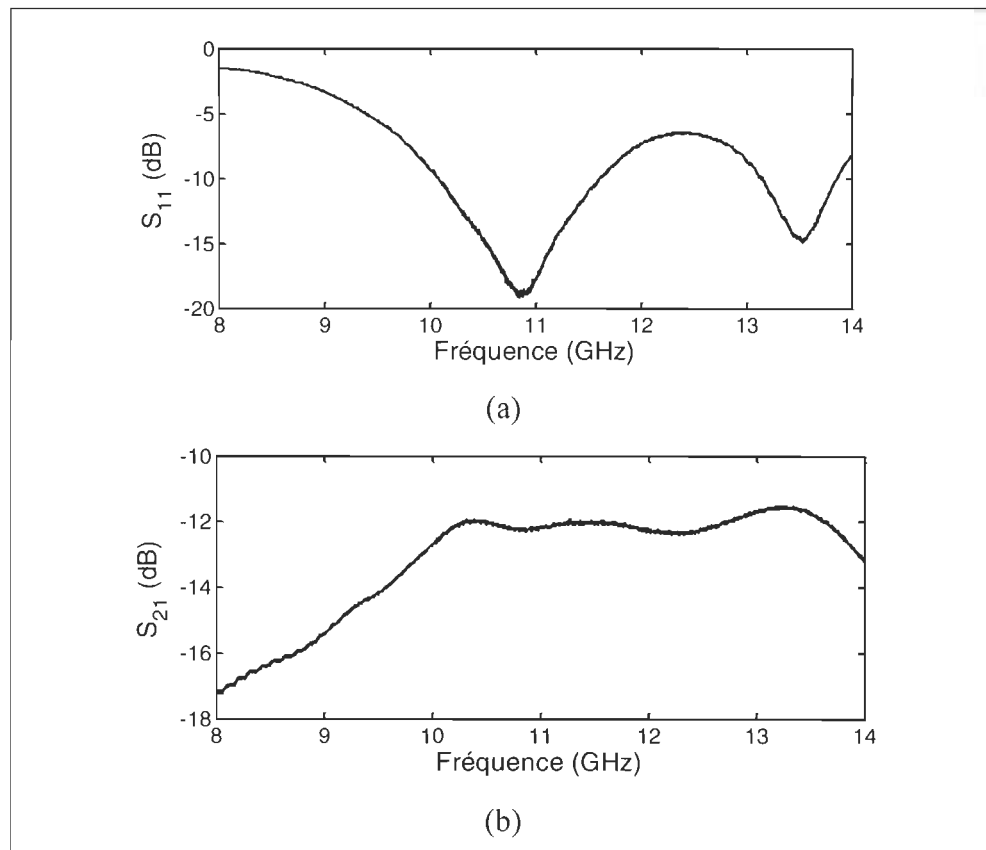


Figure 5-4 : Validation de la calibration TRL (a) avec S_{11} et (b) avec S_{21}

Les paramètres S correspondants sont présentés à la Figure 5-4. La fréquence de résonance est de 10.89 GHz. Les pertes d'insertion sont $I.L = -12.94$ dB, justifiées par les pertes résistives de l'encre imprimée. Par ailleurs, la résolution est faible et ne permet pas la miniaturisation des circuits micro-ondes imprimés. Il était important d'étudier une technique d'impression offrant le double avantage d'une forte résolution et d'une faible résistivité après impression, ce qui nous a orientés vers l'impression par jet d'aérosol.

5.1.2.2 Impression par jet d'aérosol

La technique d'impression par jet d'aérosol a été étudiée par sa faible résolution, permettant de réduire la taille des circuits imprimés et de réaliser une économie substantielle d'encre. Elle se démarque également par l'acceptation d'encres sur une très large plage de viscosité (1 – 1000 cP), élargissant de fait le nombre de matériaux imprimables et d'applications réalisables. L'exploration de cette technique a été rendue possible par une subvention de la CMC, accordée pour tester les équipements du laboratoire NanoQAM, à l'effet de fabriquer des capteurs micro-ondes imprimés grâce à cette technique. L'imprimante sur place était du modèle Aerosol Jet 300 de l'entreprise *Optomec*.



Figure 5-5 : Résonateur imprimé par jet d'aérosol par Optomec AJ300

Opérant le transfert de masque par une écriture directe, cette imprimante dessine des formes pleines telles que des carrés et des rectangles, avec des lignes équivalentes à sa résolution. Suite à nos essais, les résolutions effectivement atteintes sont de l'ordre de 10 μm avec une vitesse de 5 m/s. Par ailleurs, un système laser est incorporé à l'imprimante pour le frittage. La recette de frittage a été optimisée à un rayon laser alimenté à 0.6 A, chauffant à une vitesse de 2 m/s. La résistance minimale obtenue était de $R_S = 95 \text{ m}\Omega/\square$. Avec une épaisseur mesurée à 300 nm avec un profilomètre mécanique, la conductivité maximale atteinte est estimée à 3.67 S/m ($\sigma'_{Ag}/\sigma_{Ag} = 0.583$). La Figure 5-5 montre un résonateur fabriqué par cette technique. Les dimensions de la ligne sont $W = 2.31 \text{ mm}$, $s = 0.185 \text{ mm}$, et $G = 5.96 \text{ mm}$. Les dimensions du résonateur suivant la Figure 2-4 sont : $A = 0.200 \text{ mm}$, $B = 0.260 \text{ mm}$, $C = 1.04 \text{ mm}$, $D = 0.512 \text{ cm}$, $X = 7.142 \text{ mm}$. Les paramètres S correspondants sont montrés à la Figure 5-6. La fréquence de résonance est $f_r = 9.16 \text{ GHz}$, et les pertes d'insertion sont : $I.L = -9.05 \text{ dB}$.

L'impression par jet d'aérosol présente deux problèmes majeurs pour la réalisation des capteurs micro-ondes. La méthode d'écriture directe impose un temps de fabrication élevé. Avec une résolution de 15 μm , la fabrication du circuit de dimension 3.3 x 3 (cm) a duré 42 minutes. Ce temps augmenterait davantage si la résolution était affinée, dans l'optique d'une miniaturisation. Par ailleurs, les épaisseurs déposées sont très faibles, (de l'ordre de 0.300 μm), tandis que l'épaisseur de peau de l'argent a été calculée à $\delta = 0.431 \mu\text{m}$ ($f = 9.16 \text{ GHz}$, $\sigma = 3.17 \text{ S/m}$, $\epsilon_r = 3.6$). Pour améliorer la conductivité, déposer une seconde couche reste une solution coûteuse en temps et en encre. La technique de sérigraphie permettant le dépôt rapide de couches relativement épaisses, a ainsi été explorée.

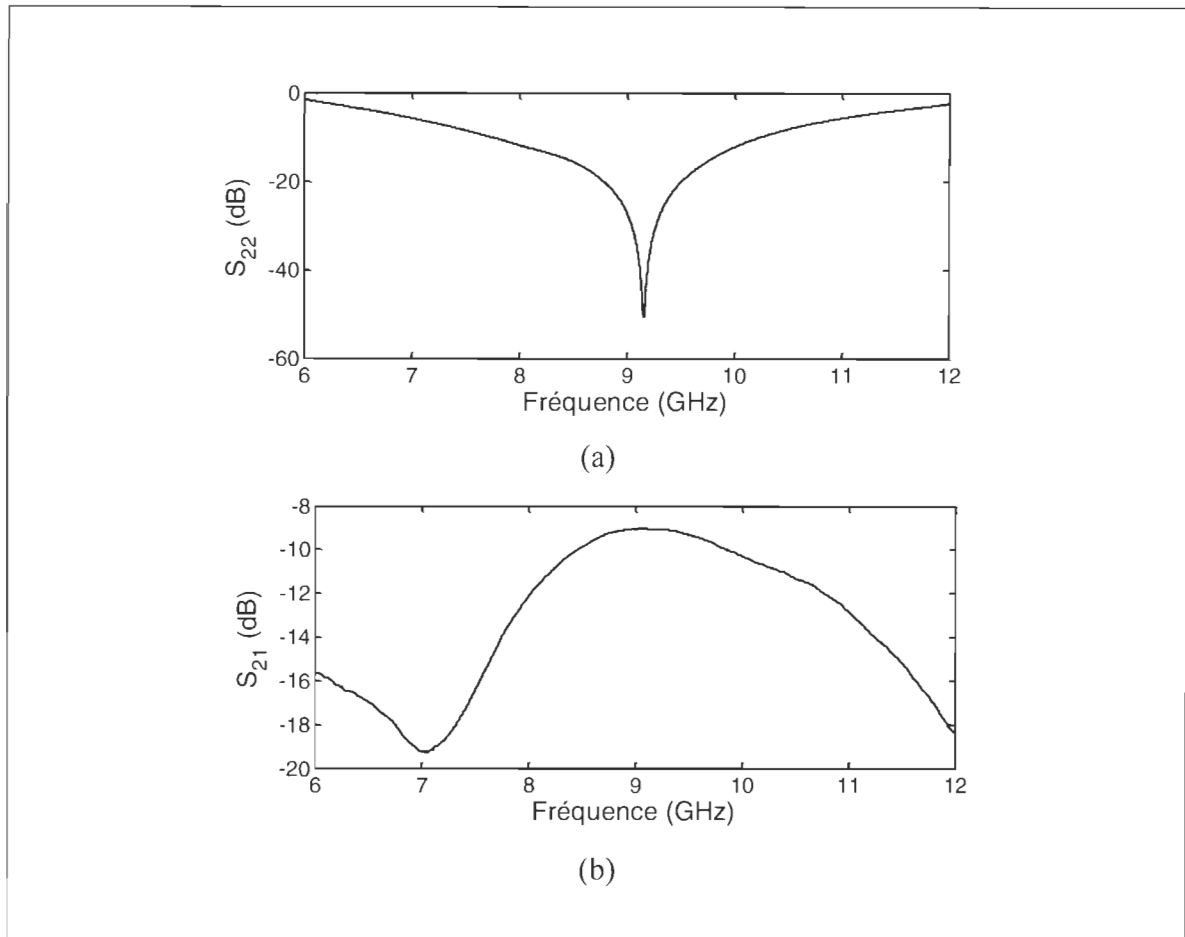


Figure 5-6 : Paramètres S du résonateur imprimé par jet d'aérosol (a) S_{22} et (b) S_{21}

5.1.2.3 Impression par sérigraphie

La dernière technique d'impression explorée est la sérigraphie. Elle est mature, rapide et offre des capacités de production de masse. L'épaisseur déposée, de l'ordre de 5 – 10 μm minimum, couvre l'épaisseur de peau du cas précédent, et réduit les pertes résistives des lignes de transmission. La sérigraphie a été testée avec l'appareil Protoprint de LPKF. Nous avons dessiné un stencil comportant des circuits de caractérisation (mesure de conductivité et mesure ϵ_r), des circuits de calibration TRL, des lignes CPW et des composants micro-

ondes (résonateurs et déphaseurs) sur ADS. Exporté au format *gerber*, il a été fabriqué par la compagnie SÉFAR (Annexe C), pour l'ensemble des tests à réaliser avec cette technique.



Figure 5-7 : (a) circuit choisi dans le stencil pour la sérigraphie ; (b) circuit imprimé

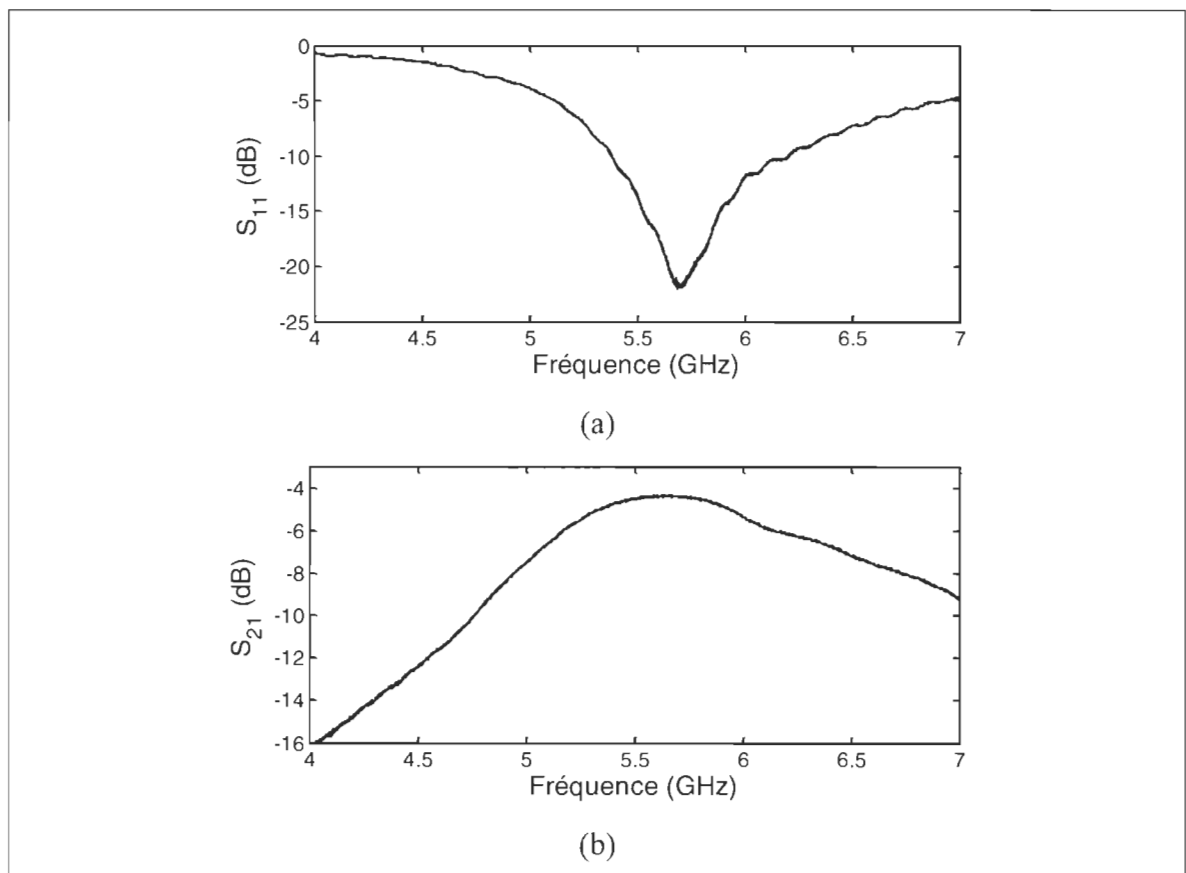


Figure 5-8 : Paramètres S du résonateur imprimé par sérigraphie (a) S_{11} et (b) S_{21}

5.1.2.4 Méthodes de frittage

En dehors des techniques d'impression, les techniques de frittage ont également été étudiées. Les sections précédentes relatent des expériences de frittage thermique et de frittage laser qui, toutes les deux, attaquent l'intégrité du substrat. Le frittage photonique a donc été étudié. Il modifie les propriétés du substrat au-delà de sa température de transition vitreuse. Il est limité en température et nécessite souvent plusieurs heures de cuisson. Le faisceau laser peut brûler le substrat lorsque son intensité est très élevée. Le frittage photonique se distingue des autres techniques par son aspect non destructif pour le substrat. Le principal risque est simplement l'absorption d'une forte quantité d'énergie par l'encre, entraînant son évaporation. Par ailleurs, les paramètres des systèmes photoniques offrent la plus grande flexibilité pour ajuster les conductivités, et les rapprocher de celles des matériaux bruts correspondants. Un voyage à Boston dans l'entreprise *Xenon* pour tester l'appareil de frittage X-2100 a ainsi été réalisé. Des carrés de 1 cm de côté ont été imprimés sur place avec l'appareil DMP2831 de *Dimatix*. La meilleure résistance obtenue à cette occasion était $R_S = 0.35 \Omega/\square$.

5.1.2.5 En résumé

Plusieurs techniques d'impression et de frittage ont été explorées afin d'en connaître les avantages et les défis par l'expérience. Leur variété assure une imprégnation poussée des technologies d'impression existantes, avec pour corollaire la capacité de formuler un procédé adapté aux technologies micro-ondes. Le Tableau 5-1 montre un récapitulatif des méthodes d'impression et des performances que nous avons obtenues.

Tableau 5-1 : Paramètres obtenus avec les méthodes d'impression expérimentées

Technique	Résolution (μm)	Résistance ($\text{m}\Omega/\square$)	Épaisseur (μm)	σ_{max} ($\times 10^7 \text{ S/m}$)	Laboratoire
Sérigraphie	50	70.8	7	4.96	LMST
Jet d'encre	120	150	-	-	LMST
Jet d'aérosol	10	95	0.3	3.67	NanoQAM

5.1.3 Procédé typique dans la thèse

Suite à l'exploration des techniques d'impression, le choix pour le procédé typique s'est porté sur la sérigraphie. Le frittage thermique a été choisi en raison de l'accessibilité d'un four, beaucoup moins cher que des appareils de frittage photonique.

5.1.3.1 Pourquoi la sérigraphie ?

Trois raisons pratiques nous ont confortés dans le choix de la sérigraphie comme technique d'impression. Elles sont toutes liées à l'épaisseur de la couche imprimée, dont l'importance a été démontrée dans [74], pour les pertes ohmiques de lignes CPW imprimées par jet d'encre. Les pertes passaient d'une atténuation de 3.5 dB/m à 6 dB/m lorsque l'épaisseur passait de 1 μm à 3 μm , avec une conductivité de $0.5 \cdot \sigma_{\text{Ag}}$. L'influence de la conductivité y est également démontrée. Pour obtenir de bonnes performances, la méthode d'optimisation adoptée part d'un principe largement démontré dans la littérature, qui consiste à améliorer le facteur de qualité pour améliorer la sensibilité du capteur [52-55]. Deuxièmement, l'épaisseur de la couche de métal augmente la puissance transmise par une

antenne imprimée [103], ce qui permet d'augmenter la distance de lecture. Dans l'éventualité d'une intégration des capteurs avec une antenne, il est préférable d'utiliser la même technologie pour obtenir les meilleurs résultats. Pour finir, les niveaux de conductivité et d'épaisseur atteintes en sérigraphie permettent une fabrication à l'aide d'une couche, ce qui limite les étapes et favorise une fabrication de masse à moindre coût.

5.1.3.2 Étapes d'impression

La Figure 5-9 présente le procédé de fabrication typique dans le cadre de cette thèse. Tout part d'un substrat imprimable. Ici, le Novele IJ-220. La structure à imprimer est choisie sur le stencil. Ce dernier est par la suite placé sur l'imprimante ProtoPrint de LPKF, et le transfert de masque est effectué avec l'encre HPS 021-LV de *Novacentrix*. Le circuit est par la suite fritté selon la recette optimale trouvée pour l'encre, et tenant compte des tolérances du substrat. La méthode thermique a été choisie en raison de la disponibilité du four. À la fin, le circuit est prêt pour l'impression. Toutes ces étapes ont été suivies à la Figure 5-9 pour l'impression d'un carré de 8 cm de côté.

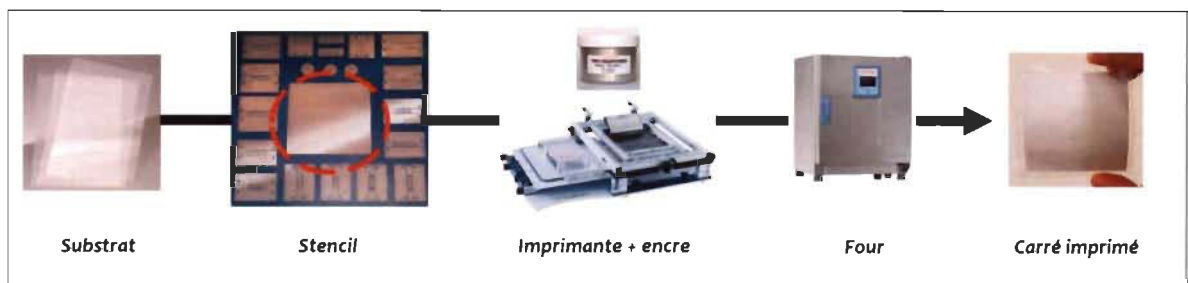


Figure 5-9 : Étapes d'impression d'un circuit imprimé par sérigraphie

5.2 Capteur d'humidité imprimé par substrat sensible

Après l'appropriation des techniques d'impression et l'adoption d'un procédé typique, cette section entame la présentation des preuves de concepts liées à la transposition des approches de fonctionnalisation identifiées à la section 2.2 aux technologies d'impression. Des stratégies liées au substrat sensible et à l'encre sensible, nous commençons par celles liées au substrat sensible, caractérisées par une grande simplicité de fabrication et une sensibilité élevée. La transposition est faite par l'impression directe d'un capteur micro-ondes sur substrat sensible. Sa réalisation est conditionnée par l'imprimabilité du substrat, dont les propriétés déterminent la nature de la détection. Ici, la preuve de concept est faite avec le substrat polyamide Kapton, dont le caractère hydrophile conduit à la réalisation d'un capteur d'humidité. Avec la technologie CPW et l'impression par sérigraphie, la seule étape de fabrication requise est le dépôt d'encre transférant la géométrie du résonateur sur le substrat. Aucune autre étape n'est nécessaire. Cette solution allie coût et performance, tout en implémentant des concepts propres aux technologies à lignes de transmission, auparavant inexplorés dans la littérature.

5.2.1 Détection par impression directe sur substrat sensible

5.2.1.1 Principe de détection

Le résonateur de la Figure 2-4 est imprimé sur une feuille de Kapton tel que présenté à la Figure 5-10. Soit (ϵ_r) la permittivité relative du Kapton, et (q) son facteur de remplissage partiel, la permittivité effective de la ligne CPW est donnée par l'équation (6.1).

$$\epsilon_{eff} = 1 + q(\epsilon_r - 1) \quad (6.1)$$

D'après la section 2.2.1.1, caractère hydrophile du Kapton permet au circuit de détecter les variations d'humidité en raison du changement de sa permittivité effective et de son épaisseur. La mesure se fait en réflexion par la variation de la fréquence de résonance, et transmission par la variation de la phase de S_{21} .



Figure 5-10 : Ligne CPW imprimée

5.2.1.2 Impression directe et sensibilité

Du point de vue de la fabrication et des performances, l'impression directe sur substrat sensible présente plusieurs avantages comparativement au dépôt de la feuille sur substrat PCB. D'une part, la fabrication est simplifiée grâce aux techniques d'impression, ouvrant la voie à des procédés industriels et à la fabrication de masse. Le choix de la sérigraphie en fait de plus une solution de fabrication rapide pour les raisons évoquées à la section 5.1.3.1. D'autre part, les variations de la permittivité effective ont un impact plus important sur les variations de la constante diélectrique, et donc sur la sensibilité. Dans l'équation (4.2), les variations de la feuille sensible sont atténuées par le terme fixe associé au substrat. Ici, la fusion du substrat et de la feuille permet que toute variation physique ou diélectrique soit reportée de façon plus significative sur les paramètres micro-ondes, résultant en une meilleure sensibilité. La Figure 5-11 présente la variation relative de l'impédance caractéristique d'une ligne CPW avec une feuille Kapton.

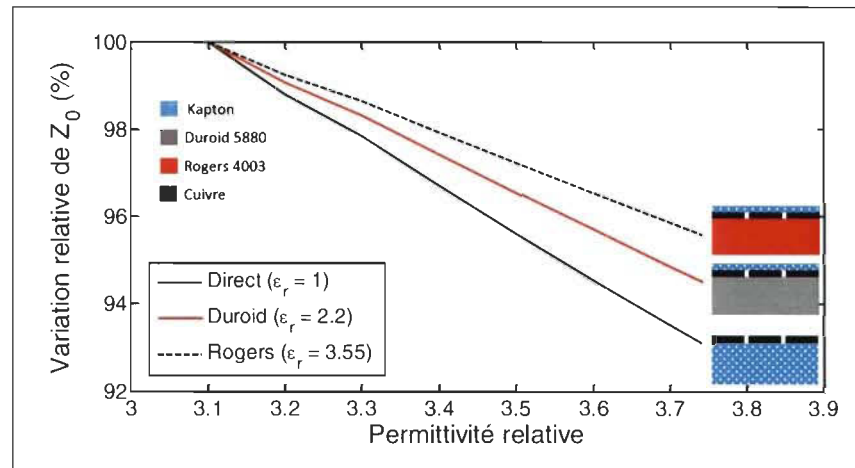


Figure 5-11 : Variation de Z_0 pour différentes configurations avec Kapton

Dans un premier temps, le résonateur est gravé sur les substrats Rogers 4003C et Duroid 5880. Une feuille de Kapton est déposée sur chaque substrat, formant ainsi deux circuits. Dans un deuxième temps, le résonateur est directement imprimé sur Kapton. Dans les trois (3) cas, la permittivité du Kapton varie de 3.1 à 3.8 afin d'émuler une variation d'humidité de 0 %RH à 100 %RH. Les calculs sont effectués à l'aide de l'outil *Linecalc*. L'impédance caractéristique de la ligne CPW avec Kapton sur Rogers 4003C varie de 40.08Ω à 38.15Ω , soit une variation de 4.83%. Celle sur Duroid 5880 varie de 44.82Ω à 42.21Ω , soit une variation de 5.94%. Enfin, celle de la ligne imprimée sur Kapton varie de 50.99Ω à 47.18Ω , soit une variation de 7.48%. Ces variations ont été calculées selon la formule (6.2), à partir des permittivités effectives. Les permittivités effectives passent de 2.02 à 2.36 avec le Kapton, de 2.608 à 2.948 avec Duroid 5880, et de 3.27 à 3.8 avec Rogers 4003C. La variation relative est d'autant plus importante que la permittivité relative du substrat baisse. L'impression directe plongeant la ligne dans l'air ($\epsilon_r = 1$) présente ainsi la variation la plus élevée.

5.2.2 Conception et réalisation du capteur

5.2.2.1 Matériau sensible

L'application du concept de substrat sensible pour la détection d'humidité passe par l'identification d'un substrat approprié. Le polyamide Kapton répond aux exigences d'imprimabilité et de sensibilité. La dépendance de ses propriétés diélectriques face à l'humidité est donnée dans sa fiche technique. Sa variation de permittivité avec l'humidité est linéaire, selon l'équation (6.3) extraite de sa fiche technique selon la référence [47]. Dans le cadre de cette thèse, nous avons mis en équation la relation entre $\tan\delta$ et l'humidité donnée en (6.4), toujours à partir des graphes de sa fiche technique. Elle correspond une croissance polynomiale de degré 2 entre 0.0015 à 0 %RH, et 0.035 à 100 %RH.

$$\varepsilon_r(RH) = 3.05 + 0.008 \cdot RH \quad (6.3)$$

$$10^7 \times \tan\delta(RH) = 2 RH^2 - 7RH + 15\,000 \quad (6.4)$$

Par ailleurs, l'énergie de surface du Kapton est de 50 dyne/cm^2 , suffisante pour garantir l'adhésion d'encres destinées à l'impression par jet d'encre et l'impression par sérigraphie. Sa température de transition vitreuse est de 450°C , autorisant le frittage thermique de l'encre déposée aux températures élevées, et par le fait même une conductivité plus proche de celle du matériau brut correspondant à l'encre.

5.2.2.2 Conception du capteur

La conception du résonateur s'est faite tenant compte des propriétés diélectriques du Kapton aux conditions ambiantes : $\epsilon_r = 3.25$ et $\tan \delta = 0.0017$. Les dimensions de la ligne CPW sont fixées par le stencil : $s = 4.16$ mm, $W = 0.30$ mm et $G = 1.5$ mm. Le résonateur est simulé selon les dimensions de la Figure 5-12. Sa taille totale est de 3.3 cm x 3 cm.

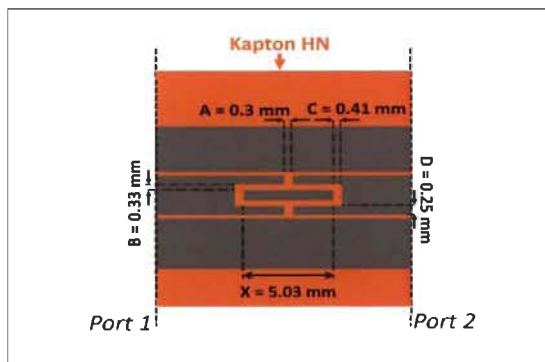


Figure 5-12 : Dimensions du résonateur CPW imprimé sur Kapton

Les simulations ont été menées sur ADS. En s'appuyant sur les équations (6.3) et (6.4), la permittivité du substrat (ϵ_r) et les pertes ($\tan \delta$) étaient changées manuellement pour émuler l'état réel du substrat aux différentes valeurs d'humidité. Initialement, une disparité importante est apparue entre la simulation et la mesure au-delà de 60 %RH. Nous l'avons attribuée à l'épaississement du substrat après absorption d'humidité. Cette analyse est corroborée par la littérature qui démontre un gonflement de la feuille de Kapton au-delà de 60 %RH, par l'accumulation de grappes d'eau à l'échelle moléculaire [45]. Tout d'abord ignoré, l'épaississement du substrat a ainsi été pris en compte pour une meilleure adéquation entre les simulations et la pratique, avec une augmentation de 1% d'épaisseur pour 10 %RH. Les simulations ont été faites en huit (8) points conformément au Tableau 5-2.

Tableau 5-2 : Propriétés diélectriques du Kapton pour la simulation

%RH	0	10	25	40	55	70	85	100
ϵ_r	3.05	3.13	3.25	3.37	3.49	3.61	3.73	3.85
$\tan \delta (\times 10^{-4})$	15	15.1	16.1	17.9	20.7	24.3	28.9	34.3
$h (\mu\text{m})$	125	125	125	125	126.3	127.6	128.9	130.2

La fréquence de résonance simulée est de 5.671 GHz. La Figure 5-13 montre l'influence de la variation de l'humidité sur la fréquence de résonance du résonateur imprimé. La Figure 5-14 montre les variations de la phase de S_{21} à 5.71 GHz.

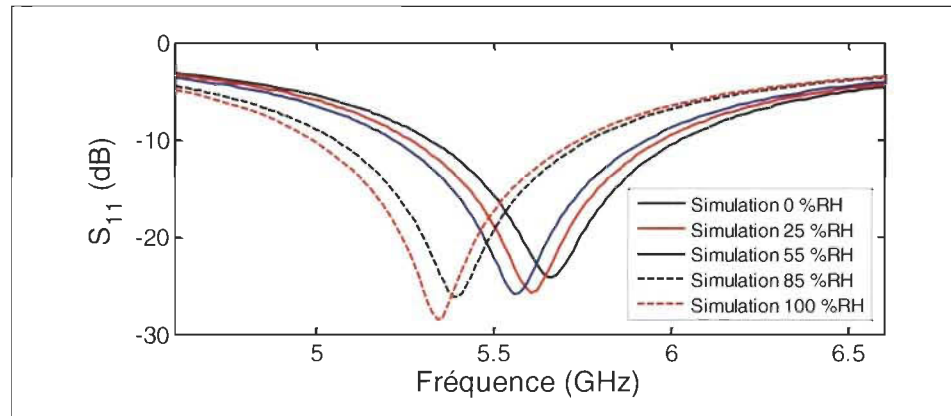
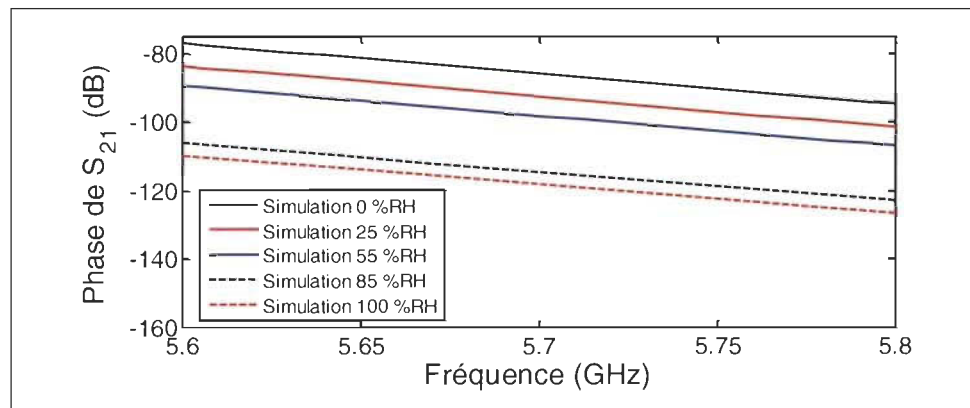


Figure 5-13 : Variation de la fréquence de résonance en simulation

Figure 5-14 : Variation de la phase de S_{21} à 10.125 GHz

5.2.2.3 Fabrication du capteur

Le capteur a été réalisé par impression du résonateur sur une feuille de polyamide Kapton, fournie par Dupont. La feuille était de type HN et d'une épaisseur de 125 μm . Le procédé de fabrication est présenté à la Figure 5-15.

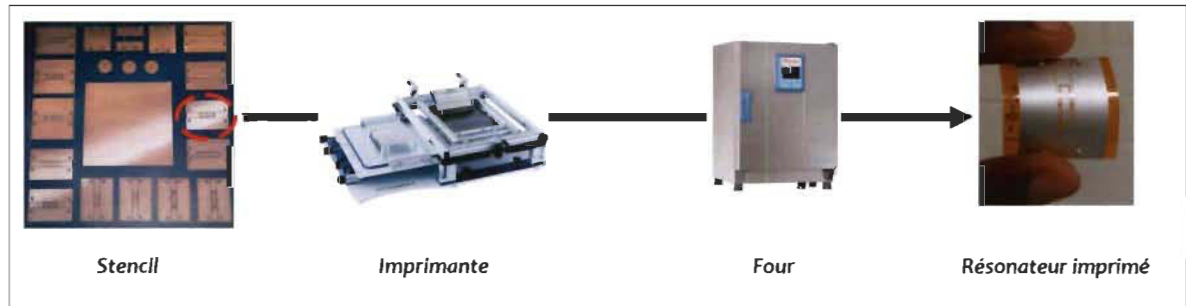


Figure 5-15 : Procédé de fabrication du résonateur imprimé sur Kapton

Le résonateur à imprimer est indiqué sur le stencil. La réalisation est faite suivant le procédé annoncé à la section 5.1.1.2. Le résonateur est transféré sur la feuille par sérigraphie. Par la suite, la feuille est soumise à une température de 250 °C pendant 30 minutes conformément aux recommandations de la fiche technique. Le circuit final est alors découpé à l'aide d'une tranche et placé sur support rigide. Une photo du dispositif final utilisé lors des mesures est présentée à la Figure 5-16. Les paramètres S correspondants ont été mesurés, et les résultats sont présentés à la Figure 5-17 et la Figure 5-18. Les résultats montrent une très bonne adéquation entre les simulations et la pratique aux conditions ambiantes. La fréquence de résonance est de 5.671 GHz en simulation et 5.65 GHz en mesure. La différence d'environ 1.5 ° entre la phase de S_{21} théorique et pratique est acceptable.

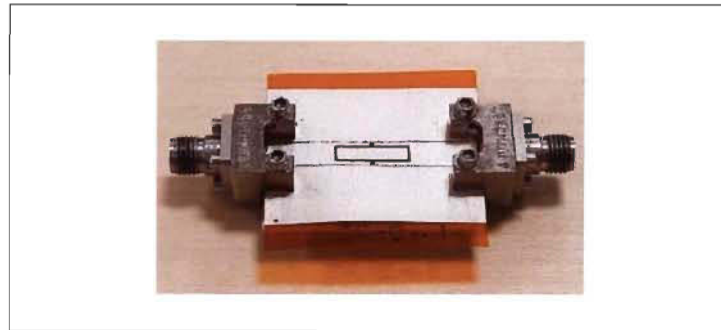


Figure 5-16 : Capteur d'humidité fabriqué sur Kapton

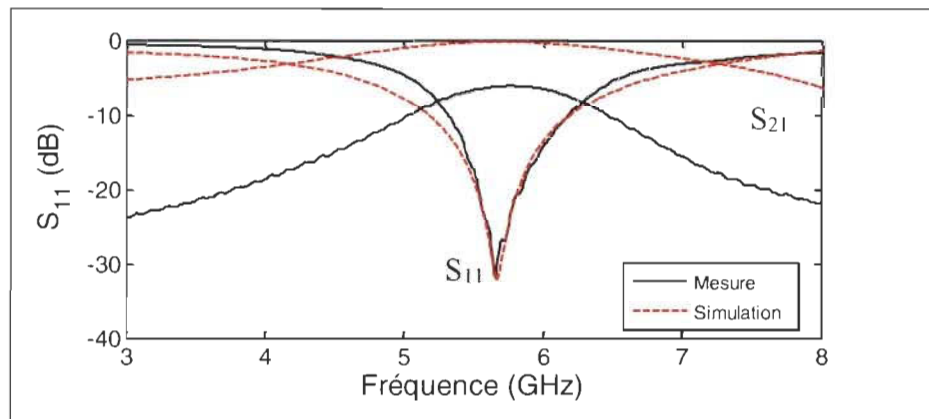


Figure 5-17 : Simulation et mesure de S_{11} et S_{21} aux conditions ambiantes

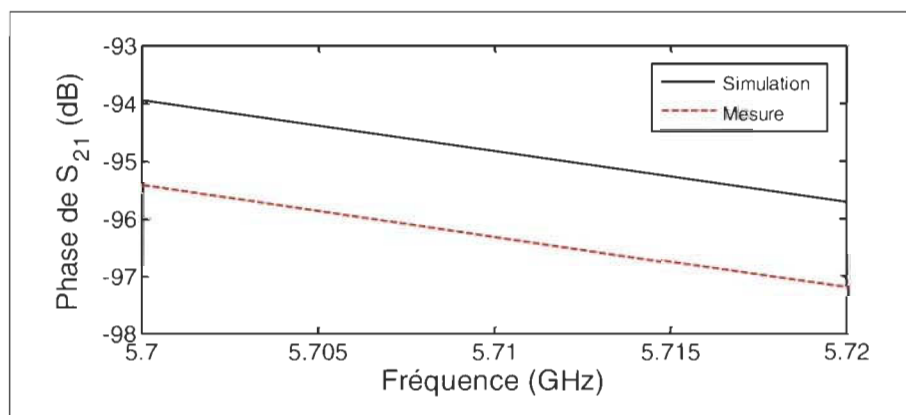


Figure 5-18 : Simulation et mesure de la phase de S_{21} aux conditions ambiantes

Par ailleurs, les pertes de transmission mesurées sont de -9.17 dB contrairement à la simulation qui est de -1.85 dB. Cette différence est difficile à expliquer. Plusieurs hypothèses peuvent être formulées. L'une des plus probables est un dépôt non uniforme de la couche d'argent, qui contient par endroits des concavités ou des aspérités qui ralentissent la transmission du signal. Quoiqu'il en soit, cette valeur de pertes ne permet pas d'utiliser ce circuit en transmission, avec un déphaseur par exemple. Il sera uniquement exploité avec son comportement résonant pour implémenter la détection d'humidité.

5.2.3 Résultats expérimentaux

Le banc de test utilisé pour les mesures à humidité variable est le même que celui de la section 4.2.3.1. Comme le montre la Figure 5-19, le temps entre deux (2) mesures était cependant de 20 minutes, pour respecter la durée minimale d'absorption de l'humidité par le Kapton [45]. Les mesures ont été réalisées quatre (4) fois pour s'assurer de la répétitivité des performances de détection. Les résultats sont présentés à la Figure 5-20 pour ce qui est de la variation de la fréquence de résonance avec l'humidité.

Nous constatons que les mesures suivent globalement l'allure des points de simulation. Le résonateur imprimé réagit effectivement à l'humidité et se comporte comme un capteur qui traduit le taux d'humidité par variation de sa fréquence de résonance. Elle passe de 5.655 GHz à 5.423 GHz, soit une variation totale de 232 MHz. Cependant, l'allure qualitative de la réponse décrit une région de faible sensibilité sur la plage 0 – 60 %RH où la variation est de 37 MHz, et une région de forte sensibilité sur la plage 60 – 100 %RH, où la variation est de 195 MHz. La sensibilité mesurée est respectivement de 0.95 MHz/%RH et de 3.88

MHz/%RH, relativement proche de celle simulée à 1.27 MHz/%RH et 4.13 MHz/%RH. Les écarts peuvent s'expliquer par le temps d'absorption de l'eau qui nécessite peut-être un temps plus long pour le Kapton, et l'ajout des composants additionnels pour la mesure.

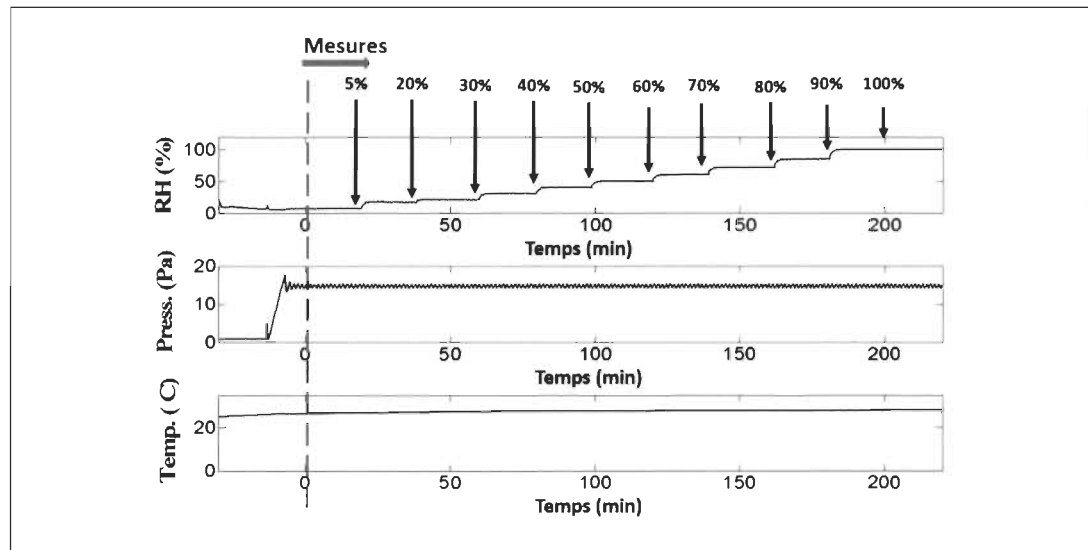


Figure 5-19 : Paramètres de test à humidité variable

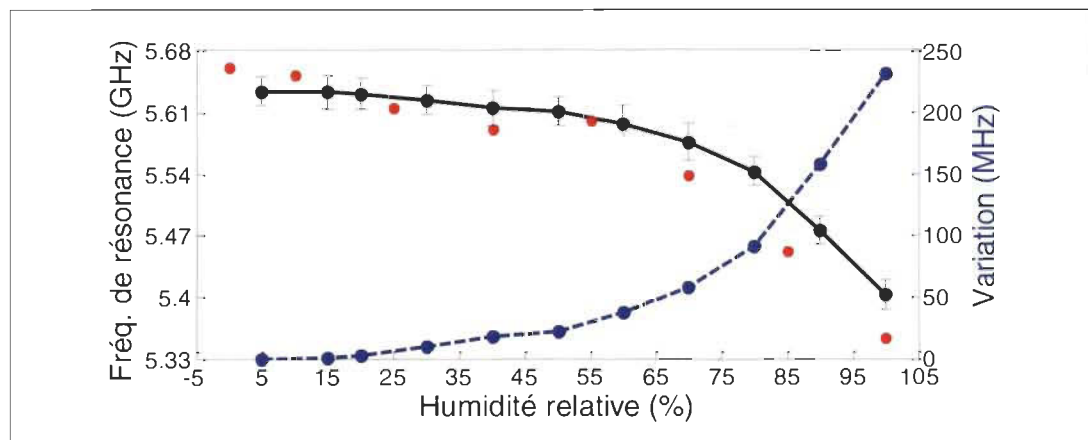


Figure 5-20 : Variation de la fréquence de résonance du capteur en humidité

5.2.4 Conclusion partielle

Le concept de réalisation de capteurs par impression directe du résonateur sur substrat sensible a été validé à travers les différents paragraphes de la section 5.2. La validation pratique a été faite sur Kapton, pour la détection d'humidité. Les procédés de fabrication et les résultats obtenus ont mis en valeur les atouts singuliers de cette approche de fonctionnalisation, au rang desquels la sensibilité, la plage dynamique et la simplicité de fabrication compatible aux standards de production de masse. Des défis persistent cependant pour diminuer les pertes d'insertion de tels résonateurs, et permettre l'utilisation de cette technique avec des structures en transmission, telles que des déphaseurs.

5.3 Nouveau substrat biodégradable pour la détection d'humidité

L'impression sur substrat sensible ayant été démontrée avec le Kapton à la section 6.2, l'objet de la présente section est d'implémenter ce principe avec un substrat biodégradable. Cette démarche est motivée par l'essor d'une nouvelle génération de capteurs au triple compromis de la performance, du coût et de la préservation de l'environnement. Aucun substrat biodégradable pour la réalisation des capteurs micro-ondes imprimés n'a jusqu'ici été proposé. Ainsi, dans l'éventualité d'en faire des substrats sensibles pour la détection d'humidité, toutes les feuilles proposées dans cette thèse ont été testées. Hormis leur caractère biodégradable, ces feuilles possèdent aussi un temps de réponse beaucoup plus rapide que le Kapton (moins de 3 minutes), et une bonne linéarité. Le principe de détection a été développé à la section 2.2.1.2 traitant de la fonctionnalisation par substrat sensible. La sensibilité des différentes feuilles a largement été abordée aux chapitres 3 et 4. Nous ne reviendrons pas sur

ces deux aspects. Le test d'imprimabilité des feuilles de même que la mesure des performances de détection avec un substrat de NCTO sont présentées.

5.3.1 Imprimabilité des feuilles à base de NCTO et PTMO

Les tests d'imprimabilité se sont déroulés en deux étapes : (i) l'inspection visuelle et mécanique et (ii) le test d'adhésion et de conformité. Des correctifs de planéité seront requis.

5.3.1.1 Inspection mécanique et visuelle

L'objectif de l'inspection était d'évaluer la rugosité des feuilles pour une impression uniforme, et la capacité à être manipulées lors des tests. Les feuilles à base de NCTO sont présentées à la Figure 5-21 et les feuilles à base de PTM sont présentées à la Figure 5-22.

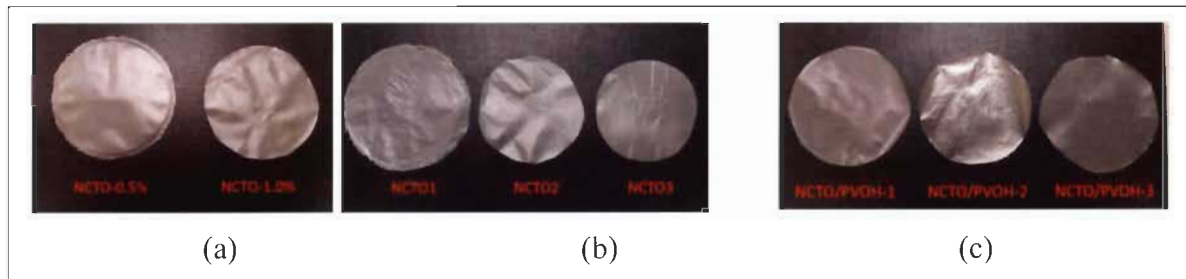


Figure 5-21 : Feuilles de NCTO à l'inspection (a) NCTO-0.5%,1%; (b) NCTO1-3; et (c) NCTO/PVOH-1, 2, 3

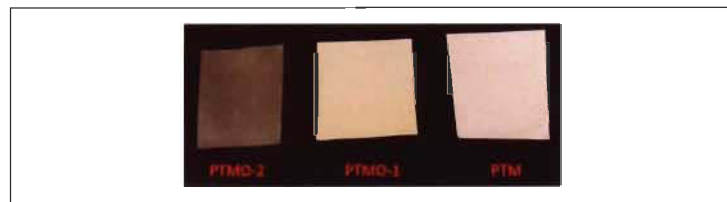


Figure 5-22 : Feuilles de PTM, PTMO-1 et PTMO-2.

Les critères d'analyse étaient basés sur la rugosité du substrat et la solidité mécanique. L'impression sur des feuilles contenant des aspérités peut générer des profils non uniformes ou îlots sans encre à la surface de la feuille. Le Tableau 5-3 résume les résultats de l'inspection mécanique et visuelle. Les critères rapportés sont la présence d'aspérités et la fragilité. Le succès au test est conditionné par un "Non" aux deux critères susmentionnés.

Tableau 5-3 : Récapitulatif de l'inspection visuelle et mécanique

Substrats	Aspérités ?	Fragilité ?	Test d'adhésion ?
NCTO1	Non	Oui	Non
NCTO2	Non	Non	Oui
NCTO3	Non	Non	Oui
NCTO/PVOH-1	Non	Non	Oui
NCTO/PVOH-2	Non	Non	Oui
NCTO-PVOH-3	Oui	Non	Non
PTM	Oui	Non	Non
PTMO-1	Non	Non	Oui
PTMO-2	Oui	Non	Non
NCTO 1%	Non	Non	Oui
NCTO 0.5%	Non	Non	Oui

À l'observation, la formation, le nombre et la taille des bulles sur les feuilles augmentent avec la proportion de PVOH, compromettant leur planéité. La feuille de PVOH/NCTO-3 a ainsi été éliminée au motif d'une forte rugosité. Il en est de même pour la feuille PTMO-II dont la rugosité est également altérée par des bulles, et la feuille de PTMO-I dont la rugosité

est accentuée par une forte densité de fibres en surface. Par ailleurs, la feuille de NCTO1 a été éliminée à cause de sa faible épaisseur qui la rend extrêmement fragile et difficile à manipuler, y compris pour la fixation sur le support de test.

5.3.1.2 Tests d'adhésion et de conformité

La deuxième étape pour tester l'imprimabilité des feuilles était de les soumettre à des tests d'adhésion et de conformité. Pour ce faire, nous avons conçu un stencil ayant quatre (4) carrés de 1.5 cm de côté sous ADS. Il a été réalisé au GÉGI, inséré dans la trame et utilisé pour l'impression par sérigraphie tel qu'illustré la Figure 5-23. Les résultats sont présentés à la Figure 5-24 pour l'ensemble des substrats sélectionnés à la section précédente.

Pour plusieurs feuilles, les tests d'adhésion n'étaient pas concluants à cause de deux raisons majeures. La première raison est l'énergie de surface de la feuille, qui devait être supérieure à la tension de surface de l'encre pour garantir l'adhésion. Ce n'est pas le cas pour les feuilles de PVOH, NCTO à 0.5%, NCTO 1% et PTMO-I pour lesquelles l'encre choisie n'adhère visiblement pas. La deuxième raison est la présence de concavités qui créent des zones vides, un dépôt non uniforme ou l'absence d'encre à la surface des feuilles. Les feuilles de NCTO2 et NCTO3 sont concernées, et ne permettent pas un étalement uniforme de l'encre. Ainsi, seules les feuilles de NCTO/PVOH-1 et NCTO/PVOH-2 passent le second filtre et sont admissibles à l'impression des circuits micro-ondes dans les conditions de fabrications choisies.

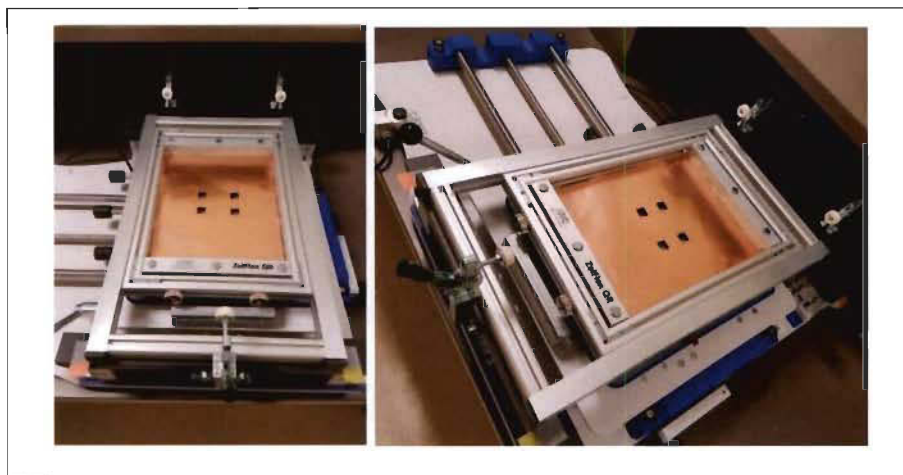


Figure 5-23 : Stencil pour les tests d'imprimabilité des feuilles

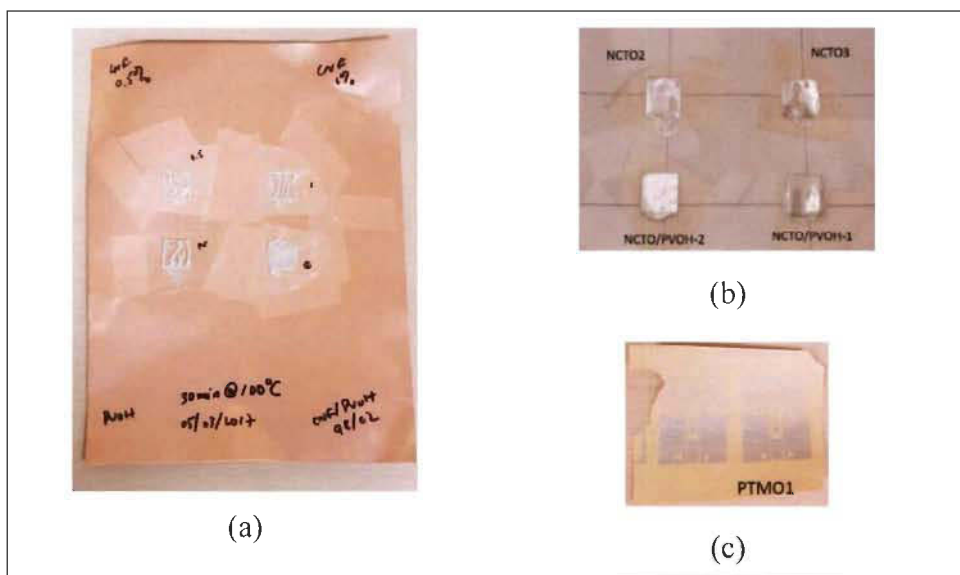


Figure 5-24 : Tests d'imprimabilité sur les substrats (a) CNF 0.5%, CNF 1%, PVOH et CNF/PVOH-1 ; (b) NCTO2, NCTO3, NCTO/PVOH-1, NCTO/PVOH-2 et (c) PTMO-I

Le Tableau 5-4 résume les résultats des tests d'adhésion en précisant les substrats avec plus de 50% d'adhésion d'encre en surface, l'uniformité des substrats et le résultat final du test dont le succès est conditionné par un "Oui" aux deux critères susmentionnés. Les feuilles ne répondant pas au premier critère sont tout de suite éliminées.

Tableau 5-4 : Tests d'adhésion des substrats après inspection visuelle

Substrats	Adhésion (>50%) ?	Uniformité ?	Test d'impression ?
NCTO2	Oui	Non	Non
NCTO3	Oui	Non	Non
NCTO/PVOH-1	Oui	Oui	Oui
NCTO/PVOH-2	Oui	Oui	Oui
PTMO-1	Oui	Non	Non
NCTO 1%	Non		
NCTO 0.5%	Non		
PVOH	Non		

La Figure 5-25 montre des lignes CPW imprimées sur feuilles NCTO-PVOH-2. Elles possèdent par endroits des concavités et des aspérités résiduelles qui compromettent une uniformité d'impression à 100%, ainsi qu'un fonctionnement efficace du circuit micro-ondes. L'aplatissement des feuilles est ainsi nécessaire pour améliorer la qualité d'impression. Les efforts déployés dans ce cadre sont présentés à la section suivante.



Figure 5-25 : Impression sur la feuille de NCTO/PVOH-2

5.3.1.3 Aplanissement des feuilles à base de NCTO pour l'impression

Plusieurs techniques dont la presse et le calandrage ont été envisagées pour aplatir les feuilles de NCTO/PVOH-1 et NCTP/PVOH-2, et améliorer la qualité de l'impression. L'option de la presse a été écartée au motif que la finesse des feuilles utilisées les rendait sensibles au profil non uniforme des plaques de presse à l'échelle microscopique. L'option de la calandre a donc été choisie. Les feuilles sont aplaties en subissant la pression exercée à la surface de contact de deux rouleaux cylindriques massifs, et tournant en sens inverse. Elles sont légèrement chauffées pour supporter le stress mécanique. Les feuilles sont passées à la calandre de la compagnie Beloit Wheeler au CRML, comme le montre la Figure 5-26. La température était de 100 °C. Les feuilles passaient 3 tours sous une pression de 100 psi, avant un passage final sous une pression de 300 psi. Elles sont visiblement plus plates par la suite. En l'absence d'appareil pour le confirmer, l'étape de validation se fera directement par impression sur la feuille et comparaison avec les qualités précédentes.



Figure 5-26 : Feuilles de NCTO/PVOH-2 au calandre pour aplanissement

L'impression des premiers circuits avec les feuilles de NCTO/PVOH-2 aplaties est montrée à la Figure 5-27 a). La quantité d'encre était clairement insuffisante. La Figure 5-27 b) présente une impression sur le même substrat, mais cette fois-ci avec beaucoup trop d'encre. Des gouttelettes sont passées à travers le filet et ont créé un court-circuit encerclé dans le dispositif. La Figure 5-27 c) présente une impression avec une quantité d'encre optimisée. Un tel circuit est utilisable pour la détection. Cette séquence démontre par ailleurs la maîtrise pratique développée pour l'impression par sérigraphie.

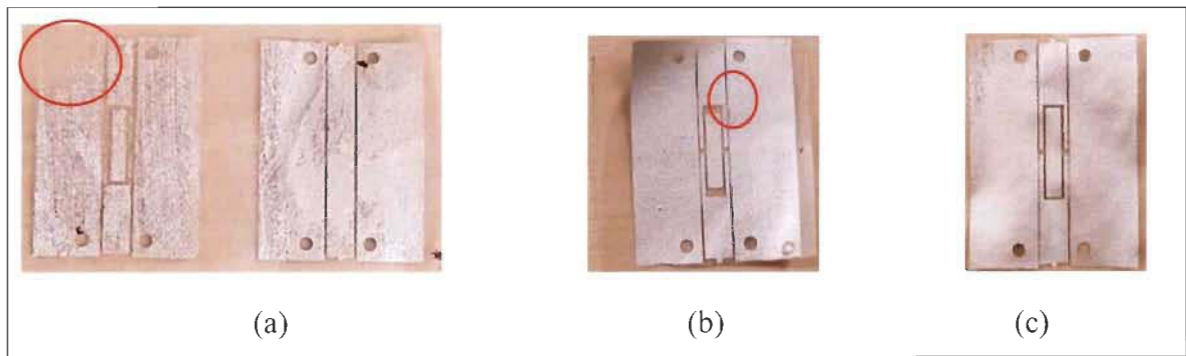


Figure 5-27 : Évolution de la qualité d'impression (a) feuilles aplanies; (b) à dosage d'encre et de positionnement requis et (c) à impression réussie au mieux.

5.3.2 Conception et réalisation du capteur

5.3.2.1 Conception du résonateur

Le circuit à imprimer a été choisi sur le stencil, tel que montré à la Figure 5-28. Ne connaissant pas la constante diélectrique de la feuille NCTO/PVOH-2, il était difficile de prévoir la fréquence de résonance et de faire une conception détaillée. Nous avons supposé que les principes applicables à la réalisation du résonateur sur Kapton à la section 5.2.2 s'appliquaient également ici, moyennant un décalage fréquentiel justifié par la différence des constantes diélectriques et éventuellement un ajustement du module, modifié par les pertes.

5.3.2.2 Impression du résonateur CPW

Le capteur a été imprimé selon le procédé schématisé à la Figure 5-28. L'encre utilisée est HPS-021LV de *Novacentrix*. Le circuit a été soumis à un frittage thermique à 85 °C pendant 4 heures. Étant donné les résultats de l'analyse thermogravimétrique à la section 3.3.2.3 indiquant une détérioration des substrats à base de NCTO à 110 °C, la température de 85 °C a été choisie suffisamment loin pour conserver le substrat dans un bon état. Par ailleurs, la durée du frittage a été choisie à partir de la fiche technique de l'encre, qui prédisait une résistivité de $1.4 \cdot 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ ($\sigma'_{Ag}/\sigma_{Ag} = 0.087$) avec une recette de 80 °C pendant 4 heures pour le Kapton. Nous l'avons supposée applicable au substrat NCTO/PVOH-2. Après la fabrication, le circuit a été placé sur le support et les connecteurs rajoutés, ainsi que le montre la Figure 5-29 sous plusieurs angles.

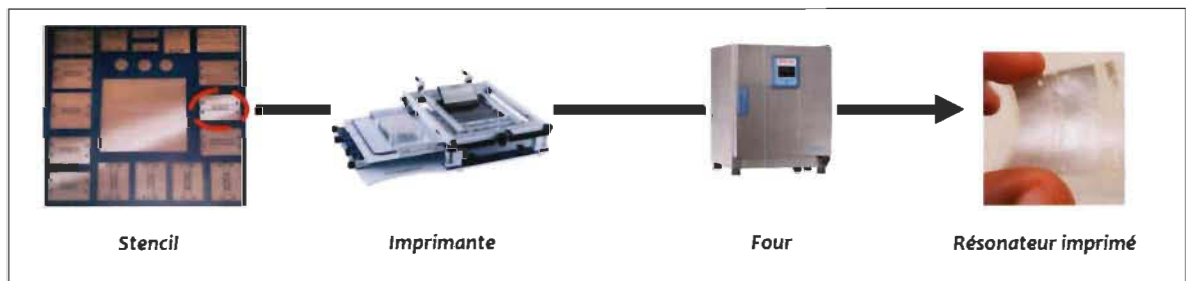


Figure 5-28 : Procédé de fabrication du capteur imprimé sur NCTO/PVOH-2



Figure 5-29 : Capteur imprimé sur NCTO/PVOH-2

5.3.2.3 Test aux conditions ambiantes

Les paramètres S du circuit ont été mesurés aux conditions ambiantes à l'aide d'un analyseur de réseaux. Les résultats sont présentés à la Figure 5-30 pour le paramètre S_{11} en module, et la Figure 5-31 pour le paramètre S_{21} en module. La fréquence de résonance est de 5.418 GHz. Les pertes d'insertion sont mesurées à $I.L = -10.27$ dB. Sachant que les pertes augmentent avec l'absorption d'humidité ainsi que le démontrent les résultats du chapitre 5, utiliser ce circuit en déphaseur pour la détection produirait des pertes très importantes. Pour cette raison, seules les analyses avec la fréquence de résonance ont été réalisées.

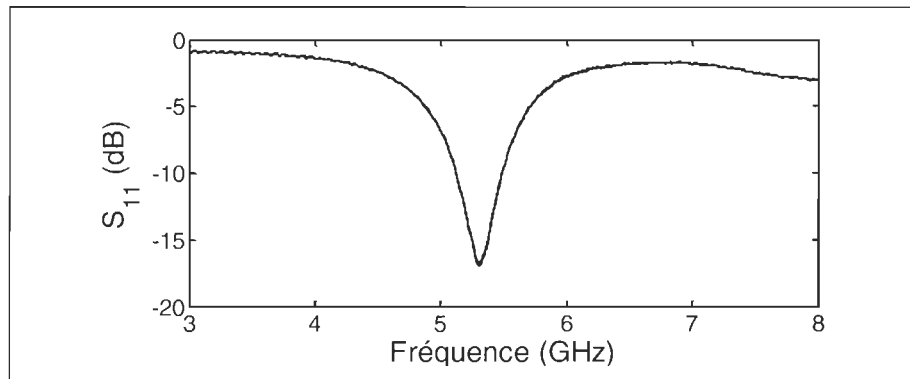


Figure 5-30 : Module S_{11} pour le résonateur imprimé sur NCTO/PVOH-2

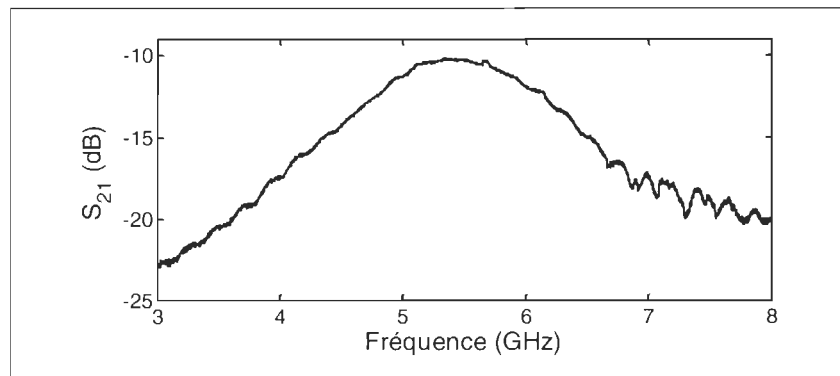


Figure 5-31 : Module S_{21} pour le résonateur imprimé sur NCTO/PVOH-2

5.3.3 *Partie expérimentale et résultats*

5.3.3.1 Dispositif de test

Le test d'humidité a été réalisé avec le dispositif de boîte à humidité contrôlée introduit à la section 5.1.3.1. Le dispositif a été testé sur la plage 20.8 – 75.9 %RH.

5.3.3.2 Résultats des tests à humidité variable

La Figure 5-32 présente les mesures obtenues avec le circuit imprimé sur le substrat NCTO-PVOH-1, à différentes valeurs d'humidité. La valeur à 75.9 %RH a été exclue à cause d'une pente $\mu = 9.26$ dB/GHz, jugée très faible, car inférieure à 10 dB/GHz. La fréquence de résonance décroît à mesure que l'humidité augmente, en cohérence avec les résultats de la section 4.2.3.2 testant le substrat NCTO/PVOH-2 en tant que feuille diélectrique sensible. L'augmentation de l'humidité provoque une diminution de la fréquence de résonance. La fréquence de résonance varie de 5.418 GHz à 5.015 GHz lorsque l'humidité varie de 20.8 %RH à 61.3 %RH, soit une variation de 403 MHz grâce à l'impression directe. Pour évaluer la linéarité de la détection et la sensibilité du capteur, la Figure 5-33 présente la variation de la fréquence de résonance avec l'humidité. Le capteur affiche une sensibilité de 10.89 MHz/%RH sur toute la plage 20.8 – 61.3 %RH ($R^2 = 0.9885$).

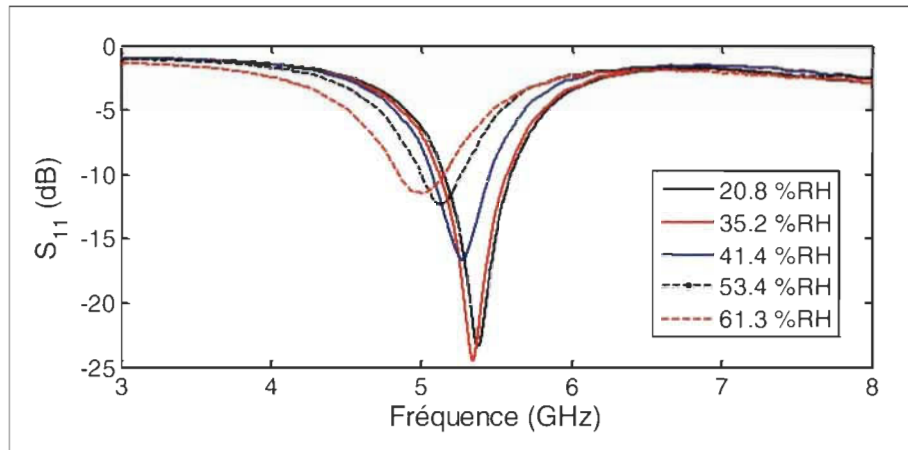


Figure 5-32 : Variation de S_{11} du NCTO avec l'humidité

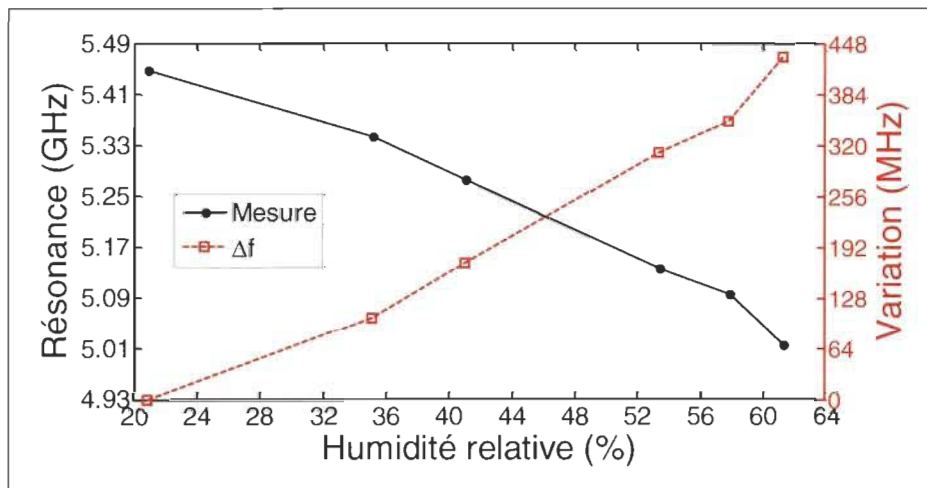


Figure 5-33 : Réponse en fréquence du NCTO avec l'humidité

5.3.4 Comparaison

Le Tableau 5-5 est un résumé des capteurs d'humidité micro-ondes imprimés sur substrats sensibles : Kapton, papier PEL et maintenant NCTO/PVOH-2. Les deux premiers substrats ont été étudiés avec la technique d'impression par jet d'encre. Dans cette thèse, la fabrication par sérigraphie est nouvellement explorée dans l'optique d'améliorer les performances de détection, à travers le dépôt d'une couche de métal plus épaisse mais de conductivité équivalente. Les résultats obtenus sont meilleurs que ceux de la littérature. De

notre analyse, cette performance est principalement attribuable à l'approche d'impression directe du résonateur sur le substrat, qui améliore la transduction du substrat vers les données micro-ondes. Les capteurs proposés dans cette thèse présentent une sensibilité allant jusqu'à 3.88 MHz/%RH avec Kapton et 10.89 MHz/%RH avec NCTO/PVOH-2, contre 0.20 MHz/%RH avec le Kapton et 0.37 MHz/%RH avec du papier PEL auparavant. De plus, par rapport aux substrats sensibles de la littérature, le substrat de NCTO/PVOH-2 possède une bonne linéarité, un meilleur temps de réponse et une meilleure empreinte écologique avec simplement 4% de PVOH. Par contre, des efforts demeurent pour améliorer les pertes d'insertion et permettre l'utilisation de capteurs en transmission.

Tableau 5-5 : Comparatif des capteurs micro-ondes d'humidité à substrats sensibles

	Substrat	Technique	Sensibilité (MHz/%RH)	Plage (%RH)	Réf.
Capteur RFID	Kapton	Jet d'encre	0.20	11 – 97	[47]
Résonateur LC	Papier PEL	Jet d'encre	0.37	20 – 90	[48]
Résonateur CPW	Kapton	Sérigraphie	3.88	60 – 100	Cette thèse
Résonateur CPW	NCTO/PVOH-2	Sérigraphie	10.89	21 – 76	

5.4 Capteur d'humidité par conductivité électrique du NCTO/PPy

Cette section aborde une toute nouvelle approche de fonctionnalisation à l'aide de circuits imprimés, basée sur la conductivité électrique pour la détection micro-ondes. Cette approche permet de tirer avantage de la flexibilité inhérente à la formulation des encres d'impression. L'interaction du capteur avec le paramètre environnemental visé provoque un changement de conductivité de l'encre sensible. Dans un domaine exploitant principalement les propriétés

diélectriques, le principal défi était de trouver un mécanisme assurant la transduction de la conduction électrique aux paramètres micro-ondes. Une solution a été trouvée grâce au véhicule des technologies à lignes de transmission. Selon l'analyse développée à la section 2.2.3, le résonateur de la Figure 2-4 opère par une conversion de la conduction électrique au déphasage micro-ondes. Dans cette section, la preuve de concept est réalisée pour la détection d'humidité, avec le composite NCTO/PPy servant de matériau sensible.

5.4.1 Principe de détection

La Figure 5-34 montre le circuit de la Figure 2-4 fonctionnalisé par encre sensible, selon les mécanismes propres à sa géométrie et les propriétés des matériaux concernés.

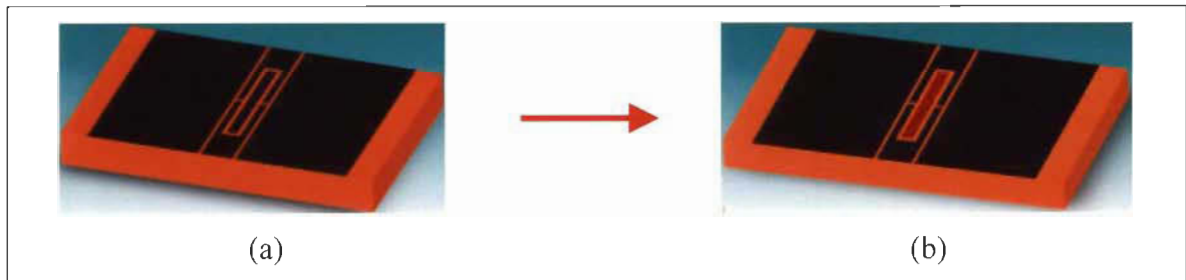


Figure 5-34 : Structure résonante en technologie CPWG pour la détection (a) sans matériau sensible et (b) après dépôt de matériau sensible.

Le principe de détection développé à la section 2.2.3 s'explique par rapprochement de la Figure 5-34 a) à la Figure 5-34 b). Le caractère hydrophile de l'encre déposée en fait un capteur d'humidité imprimé, dont la détection est possible en mesurant la variation de phase.

5.4.2 Matériau sensible

Le NCTO/PPy est un matériau issu du greffage des molécules du polymère PPy sur le réseau fibrillaire de NCTO. La Figure 5-35 montre l'agencement des molécules à l'issue de la fabrication détaillée à la section 3.5.

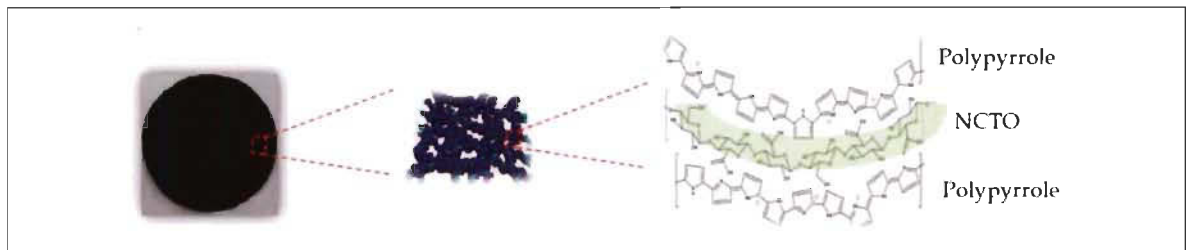


Figure 5-35 : Structure polymérique du NCTO/PPy

Les molécules de PPy forment directement des liaisons sur la molécule de NCTO, agissant comme matrice. Initialement translucide, la feuille NCTO vire au noir après le greffage des molécules de PPy. Le comportement du polymère PPy avec l'humidité a amplement été étudié dans la littérature. Il est établi que sa conductivité électrique change avec l'humidité [82, 90-92]. En particulier, il a été démontré que l'intégration du PPy avec la cellulose augmente grandement la conductivité électrique résultante, rendant le composite plus sensible à l'humidité [91]. Cette propriété est exploitée pour implémenter le principe de détection présenté à la section 5.4.1, et intégrer la détection d'humidité au résonateur.

5.4.3 Conception et réalisation du capteur

5.4.3.1 Simulation du principe de détection

La simulation du capteur imprimé avec encre sensible a été faite sur EMPro. En l'absence de valeurs précises sur la conductivité du polymère NCTO/PPy, l'objectif de la simulation

était surtout de dégager les tendances permettant de comprendre et d'analyser les mécanismes d'interaction du capteur avec l'humidité. Le circuit de simulation est donné à la Figure 5-36.

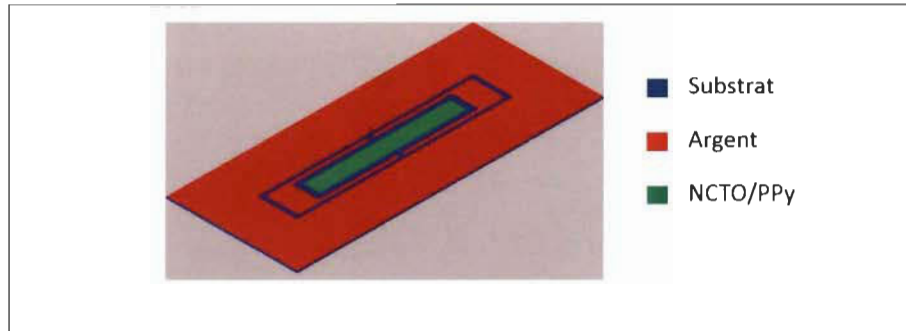


Figure 5-36 : Schéma de simulation sur EMPro

Le substrat aux caractéristiques du Novele IJ-220 est de couleur bleue. La couche d'argent imprimée de conductivité (σ'_{Ag}) est représentée en rouge, tandis que la couche sensible de NCTO/PPy de conductivité (σ_c) est représentée en vert. La variation d'humidité est émulée par une variation de la conductivité du carré central (σ_c). Elle est exprimée en proportion de la conductivité de l'argent imprimé (σ'_{Ag}). Les simulations ont été réalisées en deux temps : (i) un premier temps de validation du concept en faisant varier (σ_c) tel que : $\sigma'_{Ag} \times 100\% \leq \sigma_c \leq \sigma'_{Ag} \times 40\%$; (ii) un deuxième temps d'analyse paramétrique afin d'évaluer l'influence de paramètres tels que l'épaisseur de la couche centrale, ainsi que l'écart de conductivité entre le matériau sensible et le matériau d'impression. Les résultats obtenus dans la première phase de simulation sont présentés à la Figure 5-37 pour le paramètre S_{11} , et la Figure 5-38 pour l'impédance d'entrée. Ceux de la deuxième phase sont présentés à la section 5.4.3.2 suivante.

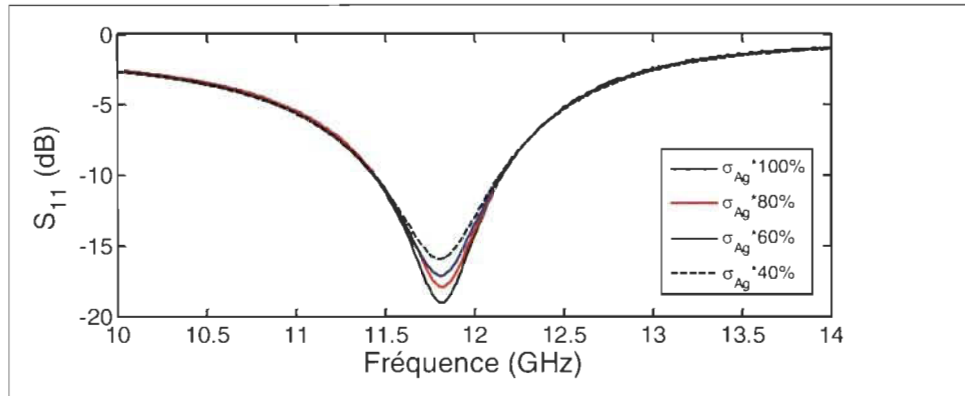


Figure 5-37 : Module simulé du paramètre S_{11} avec encres sensible

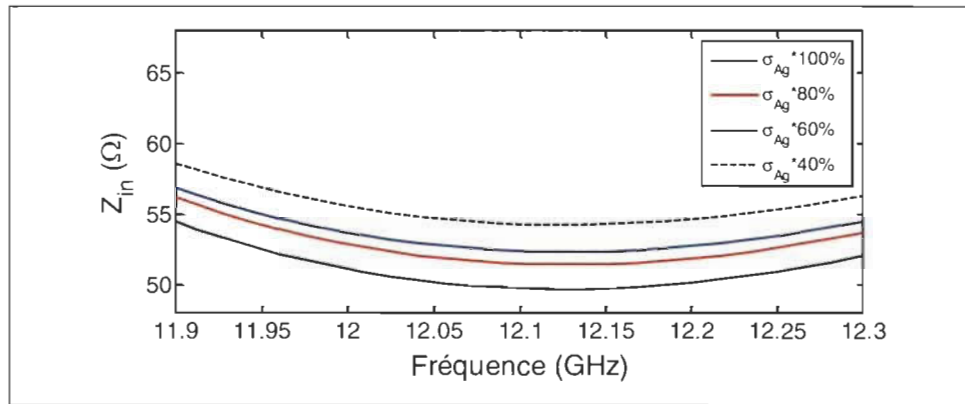


Figure 5-38 : Impédance d'entrée simulée Z_{in} du résonateur avec encres sensible

D'après la Figure 5-37, la variation de (σ_c) provoque une variation du module de S_{11} , passant de -19.05 dB à $\sigma_{Ag} \times 100\%$, à -15.92 dB $\sigma_{Ag} \times 40\%$. Cette variation marque également une variation de puissance, avec pour corollaire une variation de l'impédance (Z_{in}). D'après la Figure 5-38, (Z_{in}) passe en effet de 49.66 Ω à $\sigma_{Ag} \times 100\%$, à 54.24 Ω à $\sigma_{Ag} \times 40\%$, simulée à $f = 12.12$ GHz. Par ailleurs, le circuit montre un faible décalage fréquentiel d'une valeur $\Delta f_r = 40$ MHz, qui reste négligeable en proportion comparativement à la fréquence de résonance $f_r = 11.81$ GHz. Conformément au principe de détection énoncé, la phase de S_{21} change effectivement avec la conductivité.

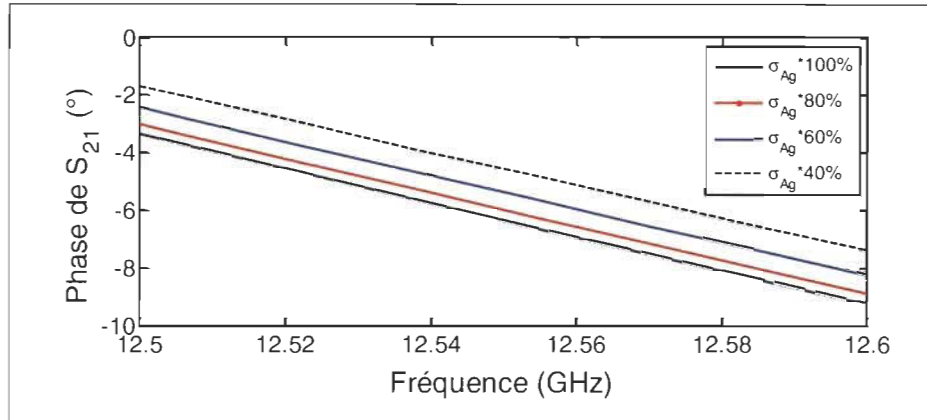


Figure 5-39 : Phase simulée du paramètre S_{21} avec encre sensible

Du point de vue de la phase, la Figure 5-39 montre que pour une conductivité σ_c telle que $\sigma'_{Ag} \times 100\% \leq \sigma_c \leq \sigma'_{Ag} \times 40\%$, la phase de S_{21} change, passant de $\phi_{21} = -6.578^\circ$ à $\phi_{21} = -4.808^\circ$, soit une variation $\Delta\phi = 1.77^\circ$. La simulation valide ainsi les principaux résultats prédits par l'analyse théorique.

5.4.3.2 Analyse paramétrique du principe de détection par simulation

L'analyse paramétrique du principe de détection a été faite selon deux axes : l'influence de l'épaisseur et celle de la conductivité de la couche sensible. La Figure 5-40 montre les résultats de simulation concernant l'épaisseur de la couche sensible : S_{11} , S_{21} , ϕ_{21} et Z_{in} .

La Figure 5-40 a) démontre l'influence de l'épaisseur de la couche conductrice sur l'emplacement de la fréquence de résonance. Elle évolue en effet de $f_r = 11.82$ GHz avec $t = 10$ μm , à $f_r = 11.90$ GHz avec $t = 100$ μm , puis $f_r = 12.04$ GHz à $t = 500$ μm . De notre analyse, l'hypothèse la plus probable pour expliquer cette tendance est la modification de la modification de la capacité du gap avec la résistance du rectangle sensible. La variation

d'épaisseur modifie la charge du rectangle central dont dépend la capacité du gap. Cette modification de l'effet capacitif induit une modification de la fréquence de résonance.

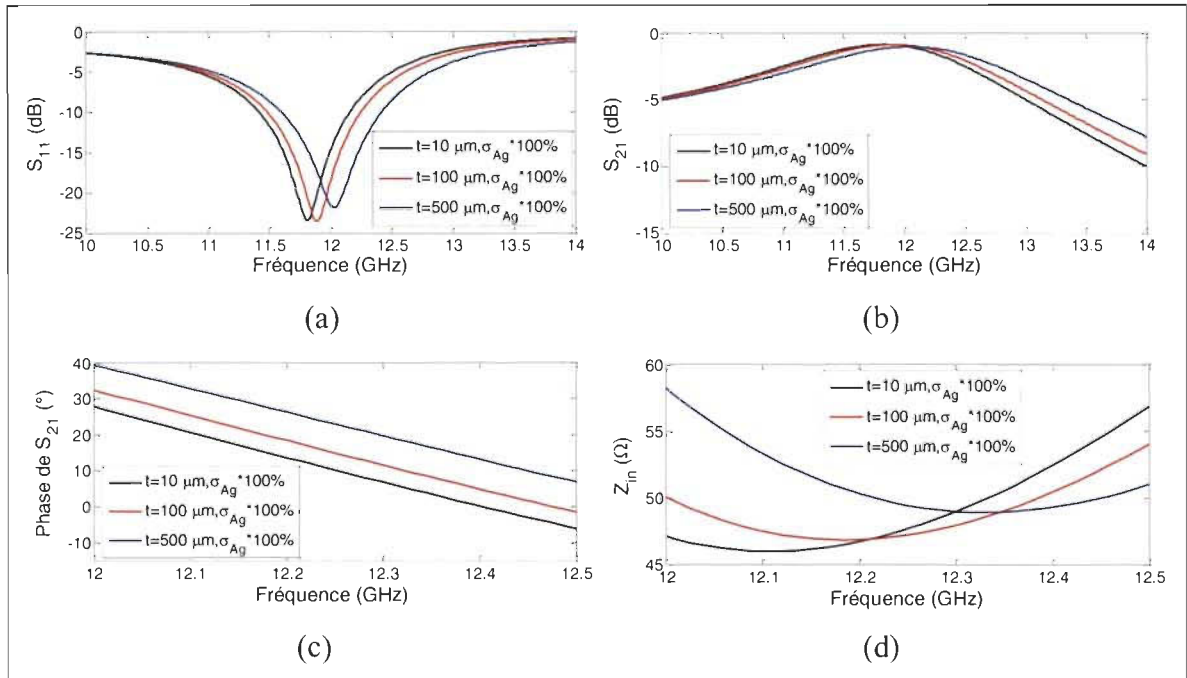


Figure 5-40 : Simulation de variation des paramètres du capteur avec l'épaisseur (a) module de S_{11} ; (b) module de S_{21} ; (c) Phase de S_{21} et (d) impédance d'entrée Z_{in}

Le décalage fréquentiel se reporte naturellement sur la Figure 5-40 b) présentant le paramètre S_{21} avec des pertes autour de $I.L = -0.9$ dB, et sur la Figure 5-40 c) représentant la phase. Le changement de phase traduit une modification de la vitesse de propagation de l'onde EM. La variation de phase mesurée est de $\Delta\phi_{21} = 12.86^\circ$ pour un ratio d'épaisseur de 50, entre 10 μm et 500 μm . La Figure 5-40 d) sur l'impédance d'entrée confirme l'ensemble des hypothèses avancées jusqu'ici. Le décalage fréquentiel est visible, à l'image de la Figure 5-40 a). La valeur optimale d'impédance change. Elle est $Z_{in} = 45.97 \Omega$ avec $t = 10 \mu\text{m}$, $Z_{in} = 46.81 \Omega$ avec $t = 100 \mu\text{m}$, et $Z_{in} = 48.90 \Omega$ avec $t = 500 \mu\text{m}$. La Figure 5-41 montre les résultats avec la variation de conductivité.

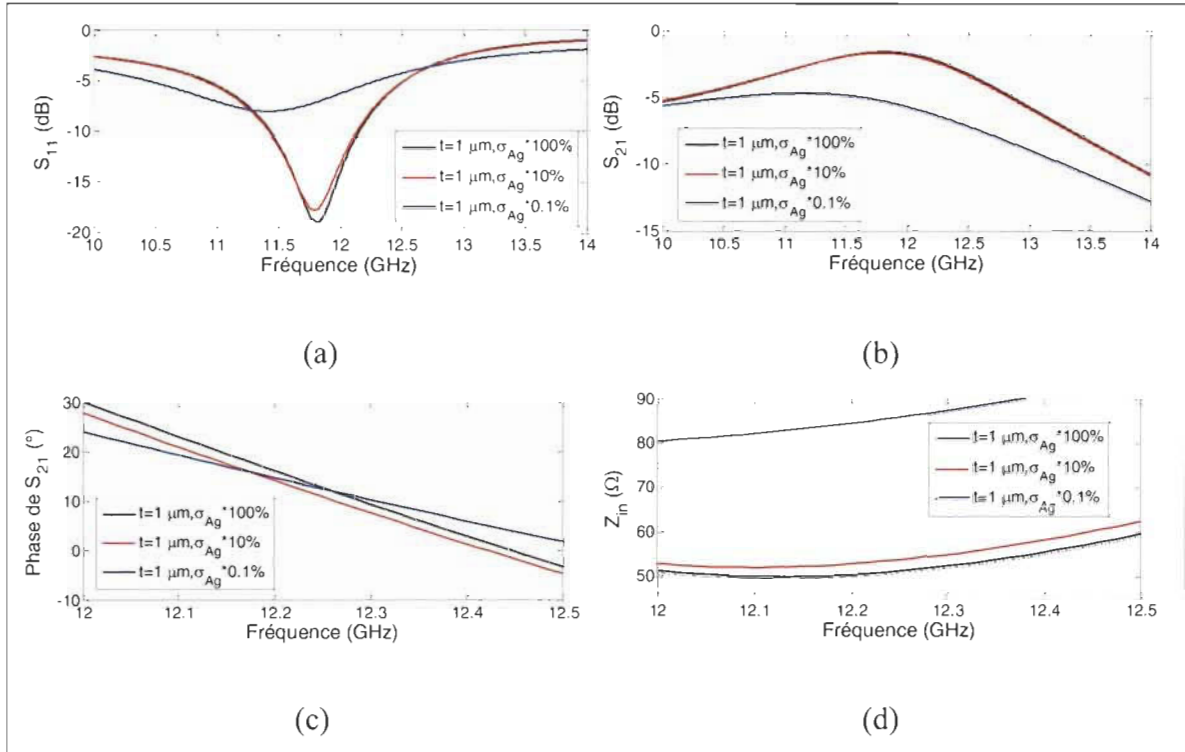


Figure 5-41 : Simulation de variation des paramètres du capteur avec la conductivité (a) module de S_{11} ; (b) module de S_{21} ; (c) Phase de S_{21} et (d) impédance d'entrée Z_{in}

Tout d'abord, la conductivité de la couche conductrice et celle de la couche sensible doivent rester dans une certaine proportion pour la réalisation du principe de détection. En simulation, à partir du rapport $\sigma_c/\sigma'_{Ag} = 1/1000$, la qualité de la résonance n'est plus assez bonne pour implémenter ce principe ($\mu = 3.44$ dB/GHz). Les pertes d'insertion passent de $I.L = -1.641$ dB à $I.L = -5.365$ dB, la phase devient inconsistante et l'impédance d'entrée s'éloigne considérablement de l'impédance caractéristique $Z_0 = 50 \Omega$, avec $Z_{in} = 82.74 \Omega$. Par contre, dans les proportions $\sigma_c/\sigma'_{Ag} = 1$ et $\sigma_c/\sigma'_{Ag} = 1/10$, les valeurs des paramètres étudiés restent assez proches, consistants et lisibles. De notre analyse, l'hypothèse la plus probable pour expliquer cette tendance est la modification du couplage capacitif entre la ligne et le rectangle central, avec la conductivité du matériau sensible. En effet, l'intensité du

couplage dépend de la densité des charges aux frontières des formes imprimées. Le gradient de conductivité affaiblit le couplage capacitif et un rapprochement des conductivités le renforce. La résistivité ayant un effet sur la résistance, une dérive fréquentielle mineure est observée, ainsi que le montre la Figure 5-41 a).

En résumé, l'analyse paramétrique par simulation démontre que l'épaississement de la couche sensible pendant la détection induit un décalage fréquentiel. La variation de phase et d'impédance sont les principaux effets obtenus lorsque la conductivité de la couche centrale est proche de celle de l'encre, malgré une légère dérive fréquentielle.

5.4.3.3 Réalisation du résonateur

Le capteur a été imprimé sur Novele IJ-220. Les dimensions de la ligne CPW sont fixées par le stencil : $s = 4.16$ mm, $W = 0.30$ mm et $G = 1.5$ mm. Le résonateur a été fabriqué selon les valeurs de la Figure 5-42 ci-dessous. Sa dimension finale est de 3.3 cm x 3 cm.

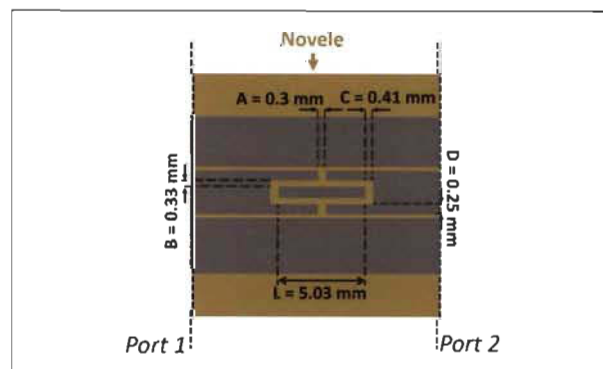


Figure 5-42 : Dimensions du résonateur imprimé sur Novele

La fabrication du résonateur est présentée à la Figure 5-43. Dans un premier temps, le transfert de masque du résonateur vers le substrat Novele IJ-220 est effectué par sérigraphie, à l'aide de l'imprimante ProtoPrint de LPKF et l'encre JS-B25P de *Novacentrix*. Le résonateur imprimé a ensuite été chauffé à une température de 118 °C pendant 3h, suivant la recette optimisée en laboratoire. La Figure 5-44 montre les paramètres S après fabrication et la Figure 5-45 montre la phase du circuit. La fréquence de résonance est $f_r = 5.704$ GHz et les pertes d'insertion sont $I.L = -4.421$ dB. La phase est mesurée à $f = 5.51$ GHz où les pertes sont minimales. Elle est de $\phi_{21} = -118.8^\circ$.

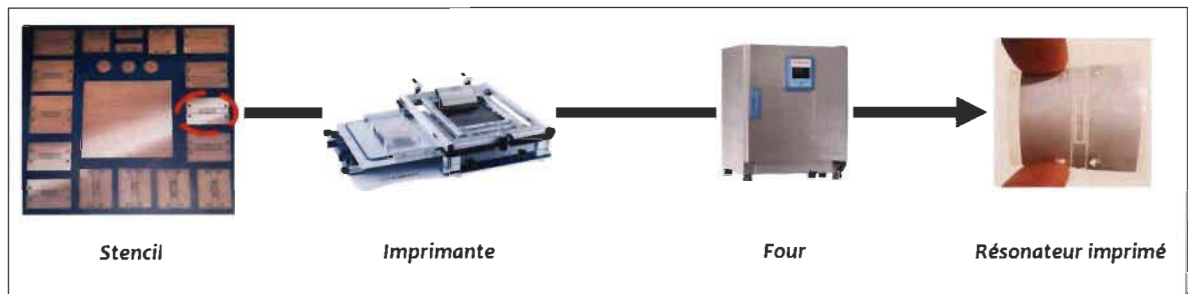


Figure 5-43 : Procédé de fabrication du capteur imprimé à base de NCTO/PPy

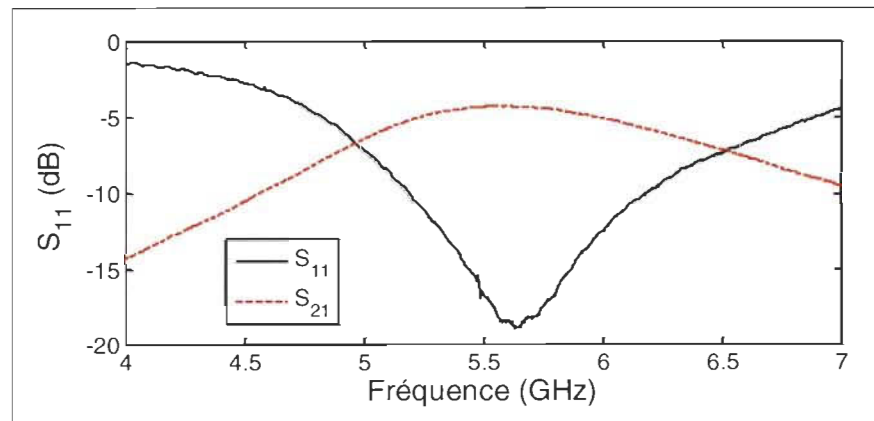


Figure 5-44 : Paramètres S du résonateur après impression sur Novele

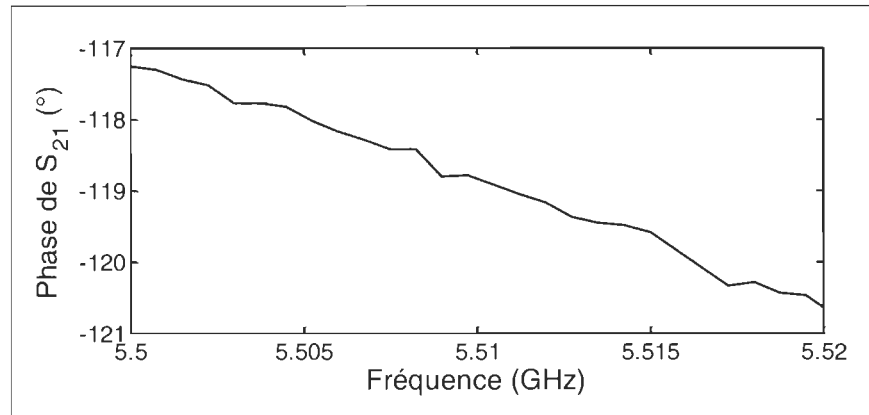


Figure 5-45 : Phase du résonateur après impression sur Novele

5.4.3.4 Intégration du matériau sensible

Un morceau de NCTO/PPy est découpé selon les dimensions du rectangle central et il y est fixé à l'aide d'une fine couche de PVOH, utilisé comme colle. Le résultat final est présenté à la Figure 5-46. Les dimensions et l'épaisseur des couches du capteur ont été examinées par profilométrie de haute résolution. Les images sont présentées à la Figure 5-47.

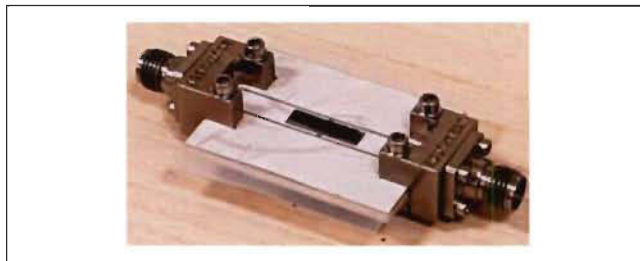


Figure 5-46 : Capteur de température imprimé

Sur les images de la Figure 5-47 (vue de dessus), le substrat a une couleur beige. L'encre d'argent est de couleur noire, et le matériau sensible d'un aspect blanchâtre granulé, est uniformément déposé sur le rectangle central. D'après la coupe transversale permettant d'observer le profil du résonateur, les dimensions de la ligne sont conformes aux attentes : $W = 0.3 \text{ mm}$, $s = 4.16 \text{ mm}$, $B = 0.33 \text{ mm}$, $D = 0.25 \text{ mm}$.

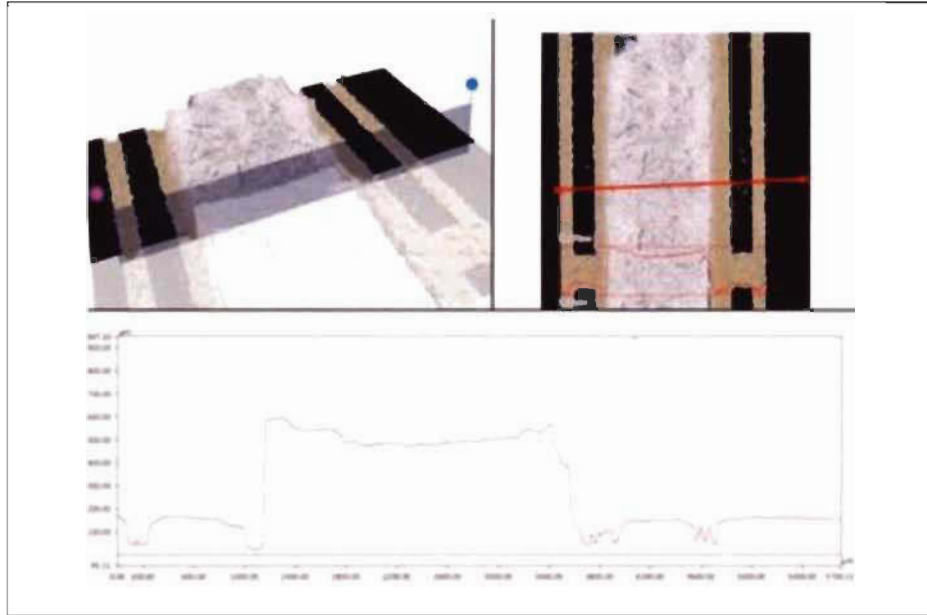


Figure 5-47 : Profil du capteur de température mesuré au microscope

Il y a quelques pics inattendus du côté droit, mais ils ne créent pas de court-circuit dans la structure. Il s'agit peut-être de particules de grains de poussières ou de particules micrométriques. L'épaisseur de la couche de cuivre est d'environ $t = 7 \mu\text{m}$. Celle du NCTO/PPy est d'environ $t_{mat} = 500 \mu\text{m}$. La Figure 5-48 montre l'effet de l'intégration du NCTO/PPy sur les paramètres S de la structure et sur son impédance d'entrée.

D'après la Figure 5-48 a), les pertes d'insertion restent sensiblement les mêmes à partir de 5.5 GHz. Cette observation peut s'expliquer par un équivalent de l'épaisseur de peau pour le NCTO/PPy. Les pertes résistives diminuent graduellement jusqu'à cette fréquence où elles se stabilisent. Les pertes d'insertion sont de $I.L = -4.421 \text{ dB}$ avant l'intégration de NCTO/PPy et de $I.L = -4.504 \text{ dB}$ après l'intégration. La fréquence de résonance passe de 5.704 GHz sans NCTO/PPy à 5.673 GHz, qui s'expliquerait par l'épaisseur de la couche centrale. La pente (μ) passe de 27.7 dB/GHz à 23.96 dB/GHz à cause de l'augmentation de la résistivité électrique due à la présence de NCTO/PPy. Le module de S_{11} passe de -21.62

dB avant à -19.10 dB, ce qui traduit également une variation d'impédance d'entrée. Comme le montre la Figure 5-48 d), elle passe de 43.17Ω à 39.1Ω . Pour finir, l'intégration du NCTO/PPy provoque un changement de phase de -118.8° à -123° .

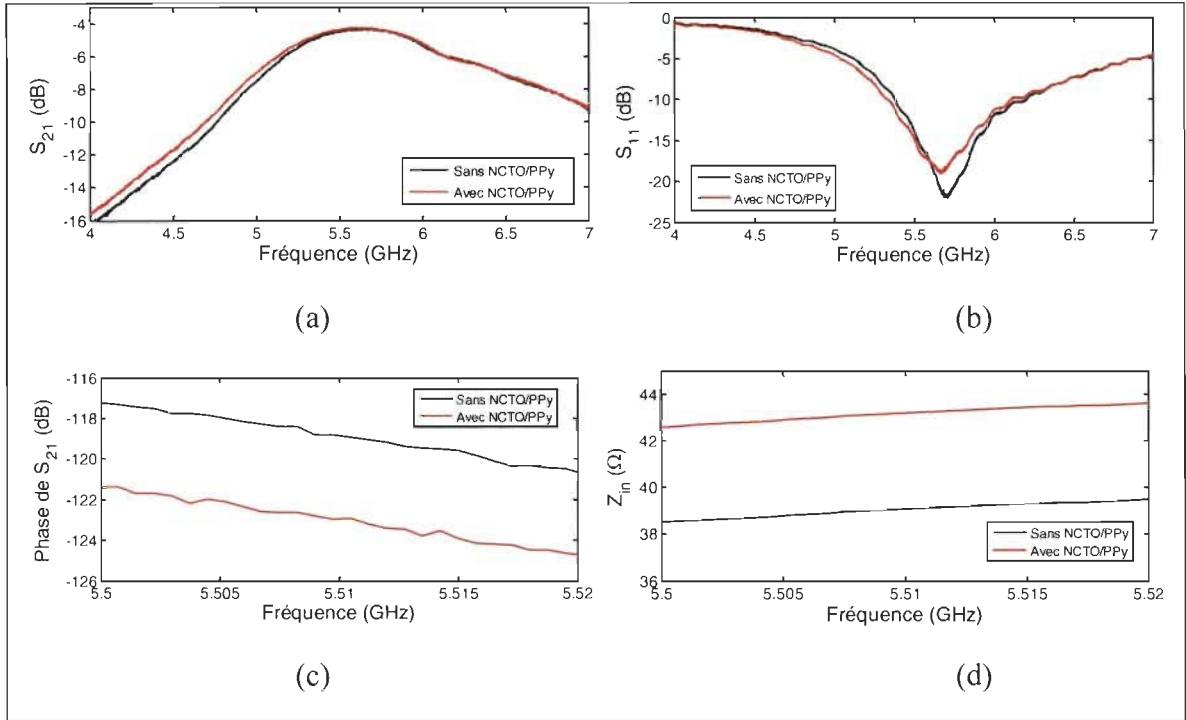


Figure 5-48 : Effet de l'intégration de NCTO/PPy sur les paramètres du résonateur (a) S_{21} en module ; (b) S_{11} en module ; (c) S_{21} en phase et (d) en impédance d'entrée.

5.4.4 Partie expérimentale et résultats

5.4.4.1 Dispositif de tests

Les tests d'humidité ont été réalisés avec le dispositif de boîtes à humidité contrôlée introduit à la section 5.1.3.1. Le dispositif a été testé sur la plage 21.9 – 86.3 %RH.

5.4.4.2 Réponse en humidité

La variation des courbes de la phase de S_{21} en fonction de l'humidité est présentée à la Figure 5-49. La variation totale de phase entre 21.9 %RH et 70.3 %RH est de 10.4° . La sensibilité a été évaluée à $0.124^\circ/\%RH$ dans la première région ($R^2 = 0.9876$). Par ailleurs, la variation de l'impédance d'entrée en fonction de l'humidité est donnée à la Figure 5-50. La variation totale d'impédance est de $\Delta Z_{in} = 8.03 \Omega$. Entre 36.9 %RH et 70.3 %RH, la pente est de $0.21 \Omega/\%RH$ ($R^2 = 0.9874$). La détection d'humidité est réalisée avec succès selon les principes proposés.

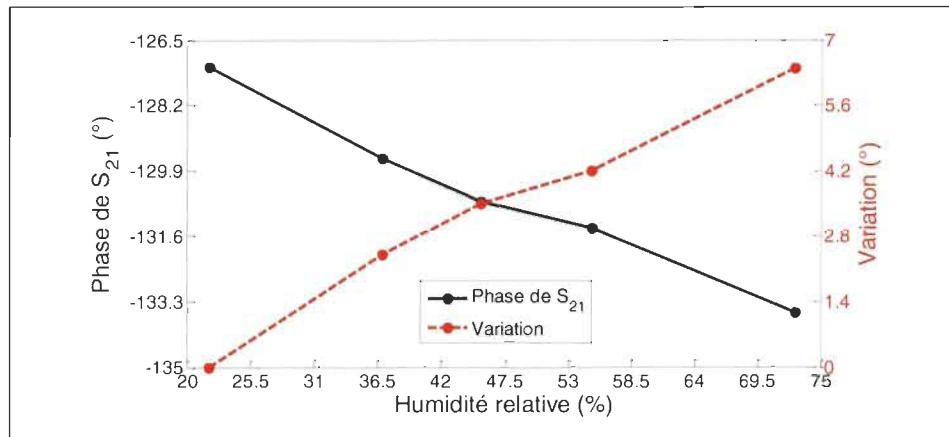


Figure 5-49 : Variation de la phase en fonction de la température

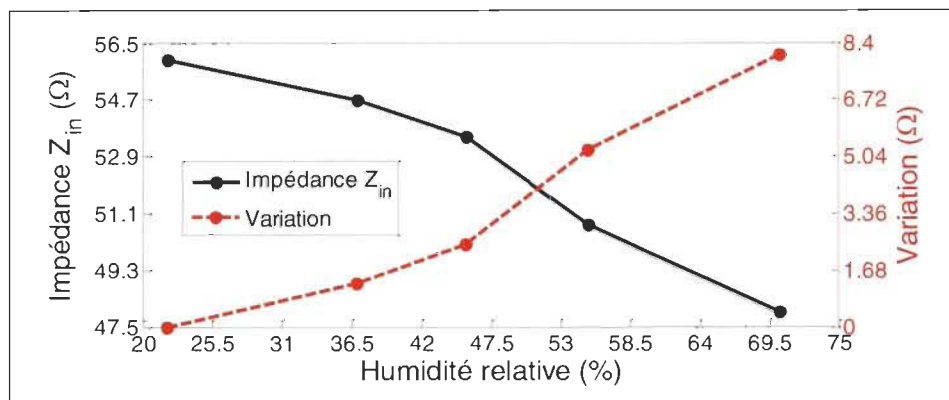


Figure 5-50 : Variation de l'impédance en fonction de la température

5.4.4.3 Analyse des résultats

La Figure 5-51 montre l'évolution du facteur de mérite en phase pour le capteur proposé. La variation observée confirme la sensibilité du circuit. La valeur maximale du facteur de mérite est $F_\phi = 1.13 \text{ }^\circ/\text{dB}$. Cette faible valeur est due aux pertes d'insertion à 70.3 %RH ($I. L = -5.648 \text{ dB}$), qui compense la variation totale de phase. Elle peut être améliorée par un frittage optimal qui limiterait les pertes. Par ailleurs, la dérive fréquentielle totale au cours de la détection est de $\Delta f_r = 56.8 \text{ MHz}$ entre 21.9 %RH et 70.3 %RH.

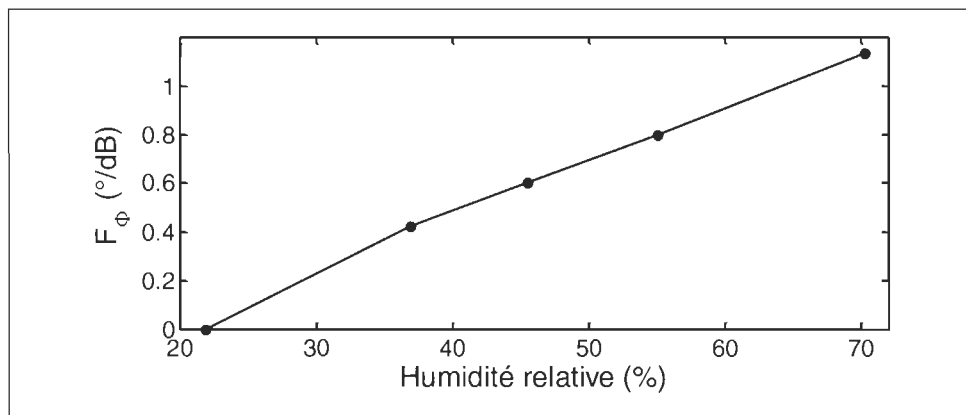


Figure 5-51 : Figure de mérite de la phase en fonction de la température

5.4.5 Comparaison

Le Tableau 5-6 présente un récapitulatif des capteurs d'humidité micro-ondes utilisant le déphasage comme mode de lecture. À l'exception de la référence [104], tous les autres travaux sont rapportés par cette thèse et s'appuient sur la technologie à lignes de transmission. Le circuit avec PTMO-II est le plus sensible. Seul le circuit proposé dans cette section est imprimé. Sa sensibilité est relativement faible par rapport à celle des autres et s'explique par

le fait que les autres agissent directement sur la constante diélectrique effective, tandis que le principe proposé s'appuie sur des changements mineurs de la résistivité. Elle est cependant assez proche de la performance obtenue avec le Kapton entre 0 %RH et 60 %RH.

Tableau 5-6 : Comparatif des capteurs d'humidité par déphasage

	Feuille sensible	Sensibilité (MHz/%RH)	Plage (%RH)	Réf.
Résonateur CPW	Kapton	0.180	0 – 60	Cette thèse
		1.250	60 – 100	
Filtre CPW	PTMO-II	1.726	39 – 74	
Résonateur CPW	NCTO/PVOH-2	0.124	22 – 70	
Tag RFID	PEDOT:PSS	0.140	40 – 100	[104]

5.5 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a démontré l'appropriation des technologies d'impression et leur utilisation avec succès pour la transposition de concepts de détection étudiés aux chapitres précédents. Le principe de substrat sensible a tout d'abord été étudié. Il a permis de tester l'imprimabilité de toutes les feuilles diélectriques précédemment utilisées dans cette thèse, et d'en ressortir suite à un processus de sélection et correction, un ensemble de deux substrats désormais accessibles à la communauté des capteurs imprimés pour la détection : NCTO/PVOH-1 et NCTO/PVOH-2. Les résultats obtenus ont démontré une sensibilité et un temps de réponse meilleurs que ceux du Kapton, qui est actuellement le substrat le plus utilisé. Le concept d'encre sensible a par ailleurs été développé et proposé comme approche typique aux technologies d'impression. Le matériau sensible utilisé démontre la capacité à utiliser des

matériaux encastrés dans les nanofibres de cellulose pour la détection. D'autres matériaux peuvent être intégrés pour cibler d'autres paramètres environnementaux. Par ailleurs, Les résultats ont démontré sa possible utilisation comme déphaseur ou charge active pour la détection d'humidité. Le chapitre 6 aborde les aspects d'intégration, incluant l'ajout d'une antenne pour ultimement transformer les circuits proposés en capteurs sans fil.

6. Concepts d'intégration RFID et sans fil

Avec des réalités technologiques telles que l'internet des objets ou la téléphonie mobile, la capacité d'intégration des systèmes de détection est un défi qui suscite un grand intérêt en recherche, afin de répondre aux attentes croissantes de l'industrie. L'intégration sans fil et l'intégration fonctionnelle des capteurs proposés dans cette thèse ont chacune leurs avantages. La première offre une approche d'implémentation concrète des capteurs micro-ondes, tandis que la deuxième offre la possibilité d'élargir les applications réalisables aux capteurs identifiables et aux multi-capteurs. Dans ce chapitre, ces approches sont étudiées, basées sur une structure multi-résonante cascadée, permettant la réalisation et l'optimisation des fonctions micro-ondes séparément. L'un des résonateurs est consacré à la détection et l'autre à la transmission sans fil ou la signature RFID. Pour le premier cas, une antenne CPW a été conçue et intégrée. Le circuit ainsi formé se transforme facilement en tag RFID. Sa fonctionnalisation à travers un substrat sensible est émulée. Quant au second cas, une feuille recyclable thermosensible a été utilisée pour la détection de température. Sa caractérisation a été effectuée et est présentée à l'annexe D. D'autres approches de fonctionnalisation ayant mené à la réalisation des antennes multi-bandes aux fréquences ISM ont été effectuées.

6.1	La thématique générale d'intégration	222
6.2	Tags RFID par structure multi-résonante CPW	225
6.2.1	Résonateurs CPW et signature fréquentielle	225
6.2.2	Antenne CPW pour l'intégration sans fil	230
6.2.3	Intégration sans fil et identification RFID	235
6.3	Capteur RFID à base d'une structure multi-résonante	242
6.3.1	Principe et réalisation du multi-résonateur	242
6.3.2	Présentation du matériau sensible et caractérisation	247
6.3.3	Réalisation et test du capteur identifiable	249
6.4	Autres travaux d'intégration	254
6.4.1	Antenne double bande ISM [114]	255
6.4.2	Antenne triple-bande ISM [109]	260

6.1 La thématique générale d'intégration

Dans le cadre de cette thèse, deux types d'intégration s'avèrent pertinents : l'intégration sans fil et l'intégration fonctionnelle, toutes les deux illustrées à la Figure 6-1.

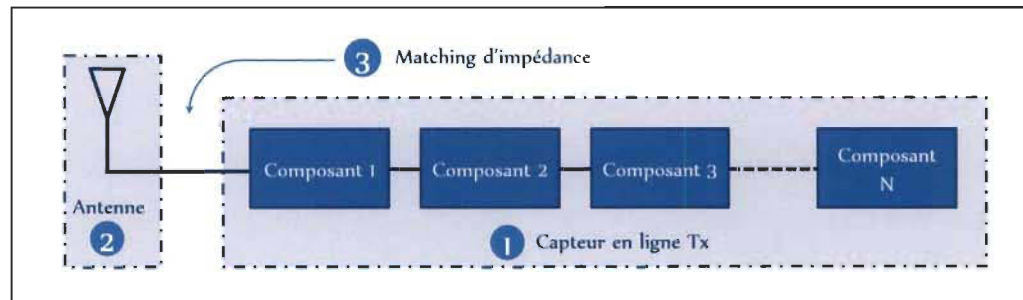


Figure 6-1 : Illustration des problématiques d'intégration

L'intégration fonctionnelle consiste à rassembler plusieurs fonctions à l'intérieur d'un même circuit, tandis que l'intégration sans fil consiste au raccordement du circuit à une antenne. Appliquée aux technologies à lignes de transmission, l'intégration fonctionnelle consiste par exemple en la mise en série de plusieurs résonateurs, en prenant soin de définir des fréquences d'opération distinctes et indépendantes. Cette technique a déjà été étudiée pour la signature des tags RFID [105-107]. Dans le cadre de l'intégration sans fil, le choix technologique détermine la simplicité et l'efficacité d'intégration. En réalisant par exemple l'antenne dans la même technologie que le résonateur, aucune transition n'est requise. Dans les deux cas, le principal défi d'intégration est l'optimisation des impédances. Tous ces aspects sont abordés dans les sections suivantes consacrées à chaque type d'intégration à savoir, l'intégration fonctionnelle et l'intégration sans fil.

6.1.1 Intégration fonctionnelle

Dans la Figure 6-1, plusieurs résonateurs CPW sont placés en série. Chaque résonateur opère à une fréquence différente de celles des autres, de façon à occuper une bande différente dans le spectre fréquentiel. La structure multi-résonante ainsi formée permettra d'utiliser chaque résonateur séparément pour implémenter une fonction différente. Ici, nous étudierons principalement la détection et la signature RFID. Un exemple de structure intégrée est donné à la Figure 6-2, qui montre un capteur avec une signature RFID de 3 bits.

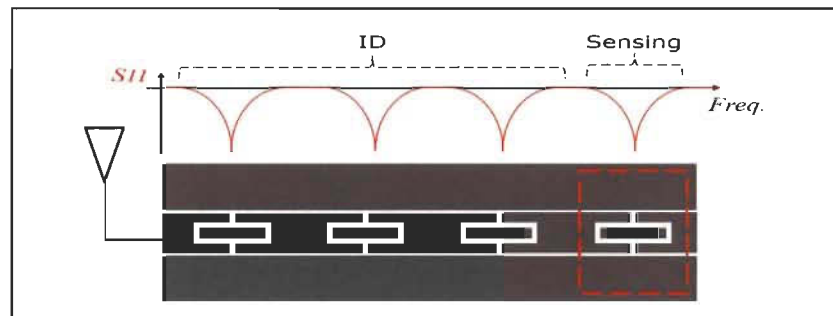


Figure 6-2 : Illustration de l'intégration multifonctionnelle

Pour un bon fonctionnement du circuit multifonctionnel, les fréquences minimales et maximales pour chaque fonction doivent être connues afin de définir les bandes d'opération. Le principal défi reste de limiter l'interdépendance des dispositifs pour des résonateurs en série. Le changement d'impédance d'un résonateur avec la fonction RFID ou la fonction de détection constitue en effet une variation de charge pour les autres résonateurs, dont le propre fonctionnement est affecté. Il a été démontré à travers nos simulations que le principal paramètre géométrique permettant d'optimiser ce couplage est la distance entre les résonateurs.

6.1.2 Intégration sans fil

L'une des solutions pour l'utilisation pratique des résonateurs proposés aux chapitres précédents est de le raccorder à une antenne, pour en faire un capteur sans fil. Ce raccordement comporte un enjeu technique : le maintien de la performance du capteur sur toute la plage dynamique de détection. En effet, comme nous l'avons démontré aux chapitres précédents, l'impédance des résonateurs change au long de la plage dynamique de détection, et le facteur de mérite tend à diminuer considérablement. Dans le cas du raccordement avec une antenne, cette double tendance aura un impact sur le matching d'impédance, tant au niveau de la fréquence d'opération (facteur de qualité) que de la puissance. Comme le montre la Figure 6-3, deux cas applicables aux circuits proposés dans cette thèse sont envisageables : le raccordement d'une antenne avec un résonateur à impédance variable, et l'impression de l'ensemble résonateur + antenne sur substrat sensible.

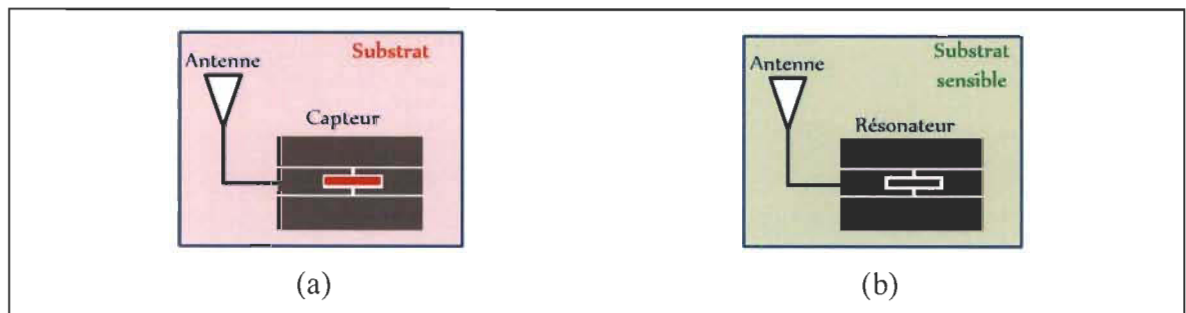


Figure 6-3 : Illustration des capteurs sans fil (a) par encre sensible; (b) par substrat sensible

Dans le premier cas à la Figure 6-3 a), la détection induit soit une variation fréquentielle mesurable à travers le paramètre S_{11} , soit une variation d'impédance mesurable à travers la puissance [51]. Dans le deuxième cas à la Figure 6-3 b), la détection induit une variation de la fréquence de résonance de l'ensemble antenne + résonateur. La qualité du matching entre

les deux éléments dépend de l'évolution de chacune d'entre elles prise séparément. Dans les deux cas, les grandeurs les plus impactées sont la plage dynamique et la distance de lecture, qui se définissent ainsi comme les paramètres d'évaluation de la performance. En raison des contraintes de test, nous avons uniquement pu étudier le cas d'un tag imprimé sur substrat sensible à la Figure 6-3 b). Il peut être émulé par la fabrication des résonateurs et des antennes sur des PCB de permittivités différentes, représentant l'effet du paramètre environnemental. Cette démarche a permis une validation indirecte du concept à la section 6.2.3.3.

6.2 Tags RFID par structure multi-résonante CPW

Cette section présente la conception d'un tag RFID, dont la fonctionnalisation à l'aide des principes étudiés dans cette thèse permettra la réalisation d'un capteur sans fil. Le tag utilise un principe de signature fréquentielle basé sur la géométrie des résonateurs, pouvant être appliqué à la différenciation des capteurs.

6.2.1 Résonateurs CPW et signature fréquentielle

Les détails sur le fonctionnement des tags RFID sont présentés dans cette section. La signature fréquentielle est intégrée au résonateur par la variation du gap entre le rectangle central et la ligne CPW.

6.2.1.1 Principe de signature fréquentielle

Le principe de signature fréquentielle est inspiré de la relation entre l'impédance du résonateur, et le gap entre le rectangle central et la ligne CPW [72]. La Figure 6-4 reprend la géométrie du résonateur tout en précisant les dimensions concernées : les gaps C_1 et C_2 .

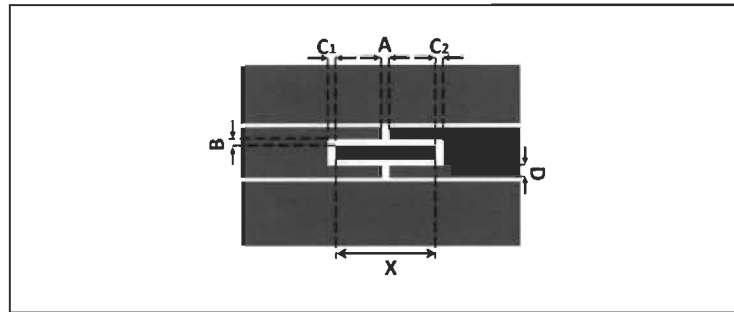


Figure 6-4 : Illustration de la signature fréquentielle

La variation du gap C_1 ou C_2 induit une variation de l'impédance caractéristique de la géométrie selon l'équation (6.1), tirée de [72]. Ainsi, toute variation de la distance C_1 ou C_2 provoque un changement de la fréquence de résonance.

$$X_{1,2} = \frac{1}{\omega C_{1,2} \times Z_0} \quad (6.1)$$

Concrètement, la longueur du rectangle central (X) fixe la fréquence principale d'opération, et les largeurs de gaps C_1 , C_2 fixent la signature des résonateurs. En effet, la variation de la longueur du rectangle central induit une variation plus significative de la fréquence de résonance, et les gaps en permettent juste une variation plus faible. Il faut cependant tenir compte de l'intensité de l'effet capacitif entre la ligne et le rectangle central, dont l'intensité faiblit à mesure que les gaps augmentent.

6.2.1.2 Simulation du principe de signature fréquentielle

Le principe de signature fréquentielle a été simulé à l'aide de résonateurs de différents gaps sur ADS. Le substrat choisi est 4003C de Rogers ($\epsilon_r = 3.55$, $\tan \delta = 0.0027$). Les dimensions de la ligne CPW pour une impédance de 50Ω étaient $W = 2.3 \text{ mm}$ et $s = 185.5 \mu\text{m}$. D'après la Figure 6-4, les dimensions du résonateur sont $A = 200 \mu\text{m}$; $B = 115.7 \mu\text{m}$ et $D = 512 \mu\text{m}$. La valeur de C_1 est maintenue fixe à $C_1 = 260 \mu\text{m}$ et la valeur de C_2 varie par pas de $100 \mu\text{m}$ pour simuler la signature fréquentielle. Les tags sont conçus selon les dimensions du Tableau 6-1. Les dimensions finales du circuit sont $15.68 \times 15.09 \text{ (mm)}$. Les résultats de simulation sont présentés au Tableau 6-1.

Tableau 6-1 : Paramètres simulés de l'antenne CPW

Circuit	$C_1 (\mu\text{m})$	$C_2 (\mu\text{m})$
Tag 1	260	130
Tag 2	260	230
Tag 3	260	330

D'après la Figure 6-5, les fréquences de résonance simulées sont $f_{r1} = 12.10 \text{ GHz}$ (tag 1), $f_{r2} = 12.15 \text{ GHz}$ (tag 2), et $f_{r3} = 12.20 \text{ GHz}$ (tag 3). En variant de $100 \mu\text{m}$, La valeur de C_2 produit un décalage fréquentiel de l'ordre de 50 MHz , pouvant être utilisé comme signature.

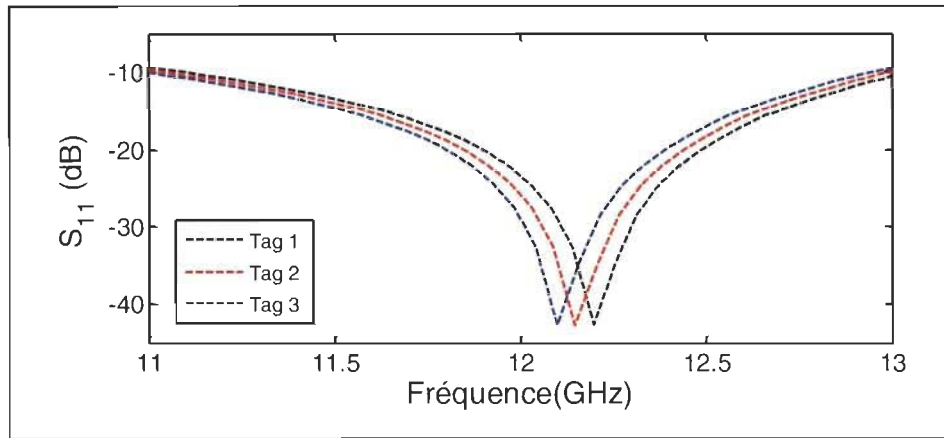


Figure 6-5 : Illustration de l'attribution d'une référence

6.2.1.3 Validation par la mesure

Après la simulation, les résonateurs ont été fabriqués au GÉGI. La Figure 6-6 présente le tag 2 fabriqué, et par la suite raccordé à des connecteurs pour la mesure. La Figure 6-7 effectue la comparaison entre la simulation et la pratique. La fréquence de résonance mesurée est $(f_{r2})_{mes} = 12.21$ GHz, assez proche de la simulation qui est de 12.15 GHz. La Figure 6-8 montre les résultats mesurés avec le paramètre S_{11} de chaque résonateur. La fréquence de résonance du tag 1 est $(f_{r1})_{mes} = 12.14$ GHz et celle du tag 3 est $(f_{r3})_{mes} = 12.26$ GHz. La variation totale de fréquence pour les résonateurs est de $\Delta f_r = 120$ MHz entre les trois tags, contre $\Delta f_r = 100$ MHz en simulation. Ainsi, le principe de signature fréquentielle étudié en simulation a été validé par la mesure. La prochaine étape est l'étude de l'antenne pour l'intégration.

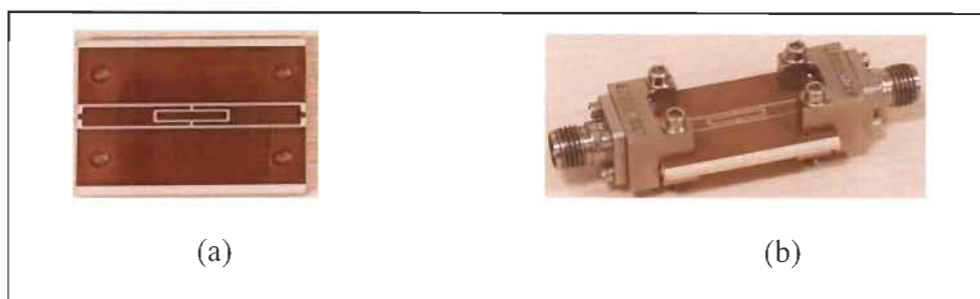


Figure 6-6 : Tag fabriqué (a) tout seul ; (b) avec des connecteurs

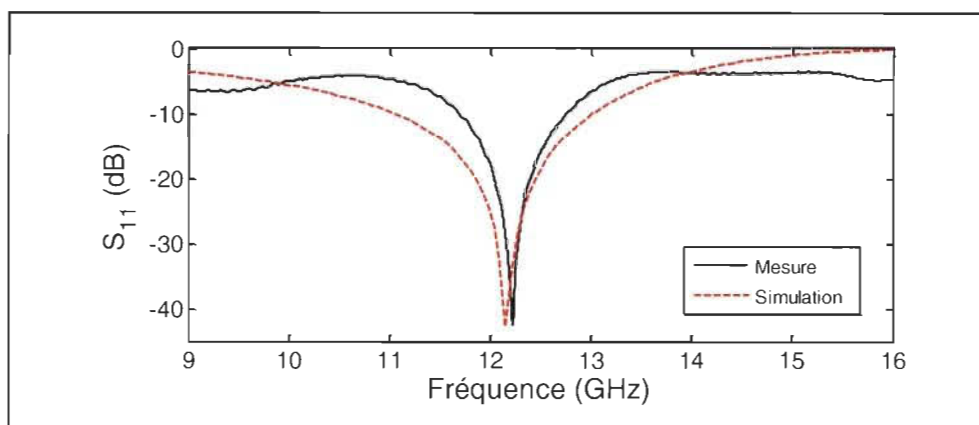


Figure 6-7 : comparaison entre la mesure et la simulation pour le tag 2

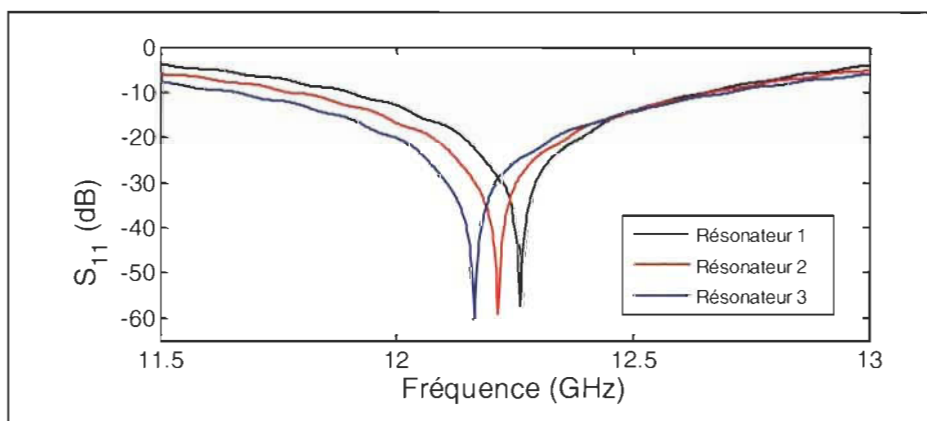


Figure 6-8 : Mesure de tags 12 GHz fabriqués

6.2.2 Antenne CPW pour l'intégration sans fil

Plusieurs tentatives ont été réalisées pour rajouter l'antenne convenable au résonateur CPW. Les premiers modèles explorés étaient des antennes dipôles, suivant les modèles présentés dans nos publications [108] et [109]. Ils sont présentés à la section 6.4. La solution des antennes CPW est cependant apparue plus appropriée en raison de la similarité technologique avec le résonateur, facilitant l'intégration par l'absence de transition.

6.2.2.1 Principes généraux de conception

Les antennes CPW sont alimentées par des lignes CPW. Des avantages spécifiques leur sont reconnus parmi lesquels une large bande d'opération, la capacité d'opération multi-bandes, de faibles pertes de radiation, une faible dispersion et une intégration facilement réalisable avec des technologies planaires [62]. À l'instar des antennes micro-rubans, la configuration coplanaire de cette technologie en facilite également la fabrication et les applications réalisables, à travers les technologies d'impression. Une analyse comparative des géométries d'antennes CPW, des transitions efficaces et de l'optimisation de la bande passante est présentée à la référence [110]. Nous nous en sommes inspirés pour proposer l'antenne présentée à la Figure 6-9 dans cette thèse.

Dans la géométrie de l'antenne, la ligne CPW débouche sur un rectangle haut de L_h et large de L_l , séparé du plan de masse par le gap de ligne CPW dans le sens de la largeur, et d'un espace H dans le sens de la hauteur. D'après les simulations réalisées sur ADS, les dimensions du rectangle central déterminent principalement la bande de résonance. Le gap

détermine la qualité du couplage entre l'antenne et la ligne CPW. La dimension H influence principalement la répartition du champ EM et sa directivité.

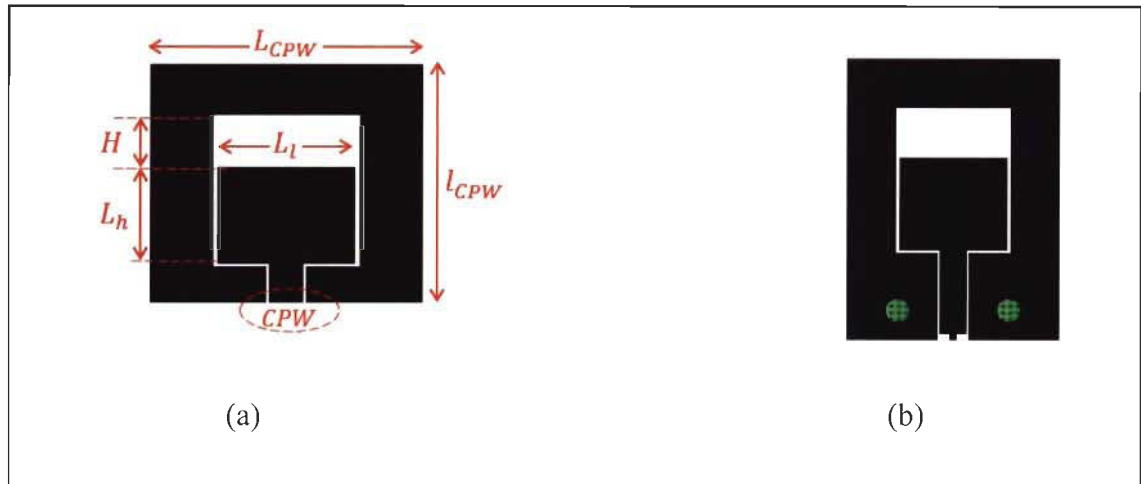


Figure 6-9 : Géométrie de l'antenne CPW (a) dimensions et (b) sur ADS

6.2.2.2 Géométrie et simulation de l'antenne

Notre choix s'est porté sur une antenne CPW carrée, dont la géométrie est présentée à la Figure 6-9 b). L'antenne a été simulée grâce au logiciel ADS. Le carré interne est haut de $L_h = 8$ mm et large de $L_l = 9.2$ mm. Le carré extérieur bordé par le plan de masse est pour sa part 9.83 mm de long et 12.5 mm de large. Entre les deux, le gap est $s = 185.5$ μm identique à celui de la ligne CPW. Les cercles verts représentent l'emplacement des super connecteurs SMA pour la mesure. Le paramètre S_{11} simulé est présenté à la Figure 6-10. La bande passante de l'antenne à -10 dB est $BP_{10\text{ dB}} = 3.24$ GHz entre 9.68 GHz et 12.92 GHz. Elle couvre les fréquences d'opération des résonateurs, telles que mesurées entre 12.14 GHz et 12.26 GHz. Une analyse EM a été menée sur la répartition de l'énergie en fonction de la fréquence. Les résultats entre 11.15 GHz et 1.758 GHz sont présentés à la Figure 6-11.

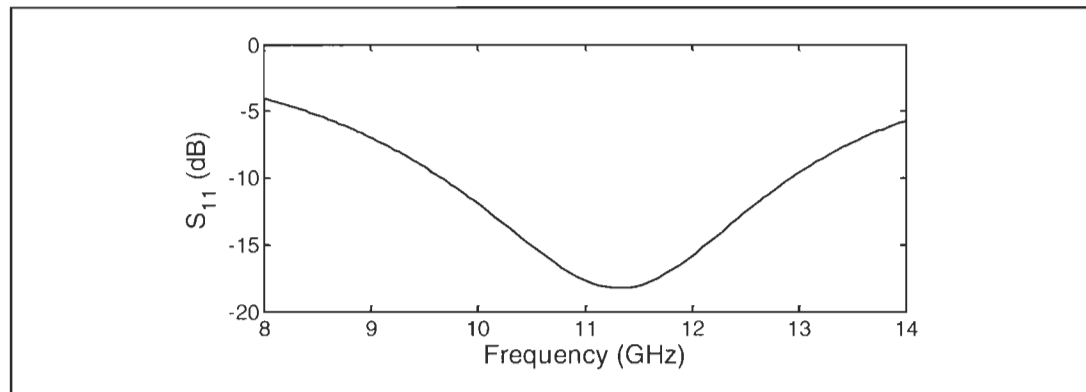


Figure 6-10 : Simulation du paramètre S_{11} de l'antenne CPW

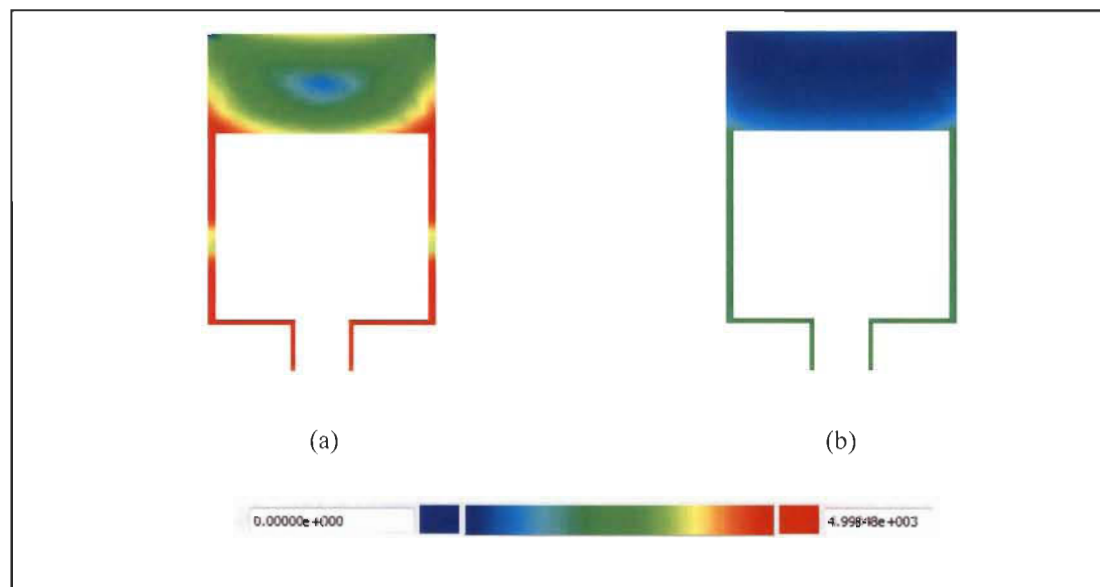


Figure 6-11 : Analyse EM de l'antenne (a) 11.15 GHz et (b) 1.758 GHz

Loin de la fréquence de résonance, très peu d'énergie est transférée à l'antenne comme le montre la Figure 6-11 b). À la résonance, pratiquement toute l'énergie EM est localisée autour du rectangle intérieur, comme le montre la Figure 6-11 a). Le code de couleur à la Figure 6-11 a) présente une région de faible énergie au centre de la zone dénudée de métal. Les courants issus de la ligne CPW reviennent soit par la bordure du rectangle interne, soit par la bordure du plan de masse. La différence de phase entre les courants, introduit de zones d'interférences constructives et destructives justifiant la présence de zones de faible énergie.

6.2.2.3 Paramètres de l'antenne et patrons de rayonnement

Les paramètres de l'antenne sont également simulés sur ADS. Le gain simulé est 4.474 dBi, avec la directivité de 4.468 dBi. Les patrons de rayonnement simulés selon l'orientation de l'antenne à la Figure 6-12 sont présentés à la Figure 6-13.

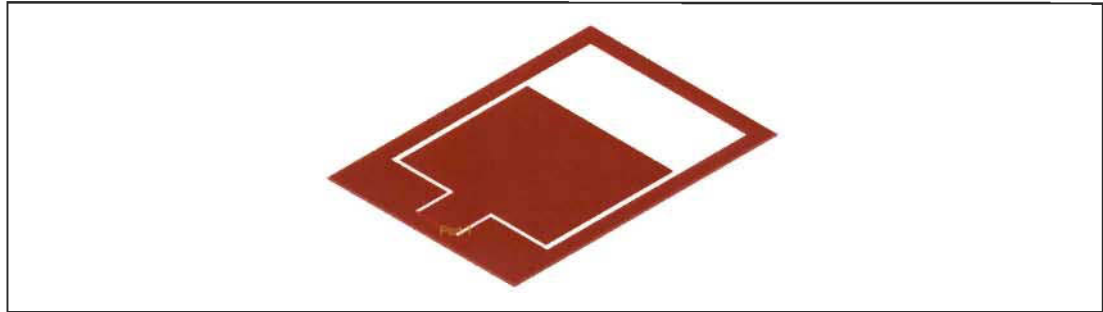


Figure 6-12 : Orientation des axes pour la mesure du patron de rayonnement

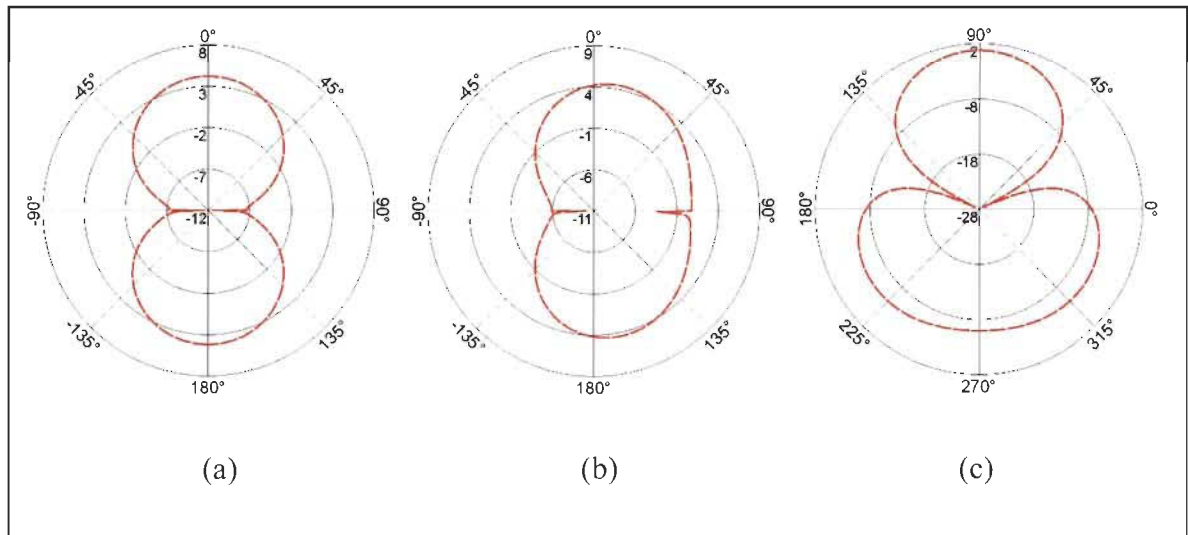


Figure 6-13 : Patrons de rayonnement de l'antenne CPW à 11.56 GHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan x-y.

En raison de l'emplacement de la partie métallique, le rayonnement de l'antenne CPW est principalement dirigé dans la direction (z) du plan x-z, c'est-à-dire dans le plan normal à l'antenne. La même tendance est observée sur le plan y-z, avec cependant un décalage

attribué à la présence de la zone sans métal intercalée entre le rectangle de l'antenne et le plan de masse. Dans le plan x-y également, la zone contenant plus de métal irradie de manière plus importante que la zone sans métal, ce qui justifie les amplitudes distinctives des lobes.

6.2.2.4 Réalisation et tests

Après toutes les analyses par simulation, l'antenne a été réalisée au GÉGI sur substrat 4003C. Une image de l'antenne fabriquée est donnée à la Figure 6-14. Cette antenne a ensuite été raccordée à un connecteur super SMA. Le paramètre S_{11} a été mesuré et comparé à la simulation à la Figure 6-15.

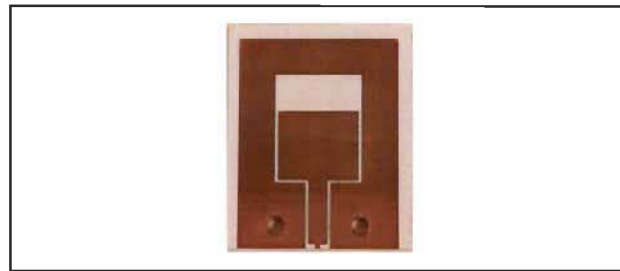


Figure 6-14 : Antenne CPW fabriquée

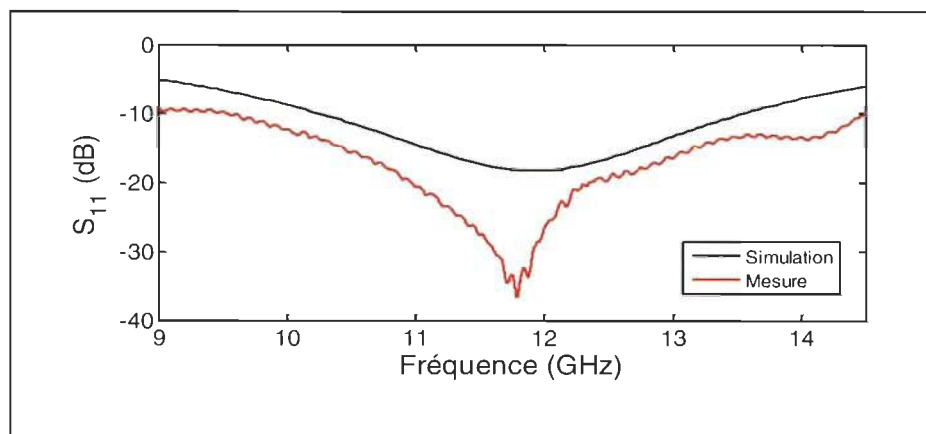


Figure 6-15 : Mesure et simulation de l'antenne CPW

D'après la Figure 6-15, la mesure suit globalement l'allure de la simulation, avec une meilleure adaptation à la fréquence $f_r = 11.79$ GHz, assez proche de 11.15 GHz en simulation. La bande passante à -10 dB est $BP_{10\text{ dB}} = 5.035$ GHz, allant de 9.465 GHz à 14.5 GHz. Elle couvre les fréquences d'opération des résonateurs à intégrer, mesurées entre 12.60 GHz et 12.72 GHz. La bande passante demeure très attractive à -15 dB où elle est de $BP_{15\text{ dB}} = 2.698$ GHz, allant de 10.452 GHz à 13.15 GHz. Ainsi, l'antenne est effectivement large bande comme prévu. En raison du fait que les appareils de mesure disponibles étaient limités à 6 GHz, il n'a pas été possible de mesurer le patron de rayonnement et les paramètres de l'antenne. Les seules données disponibles sont celles de la simulation.

6.2.3 *Intégration sans fil et identification RFID*

Après la réalisation du résonateur avec signature fréquentielle et de l'antenne séparément, cette section traite de l'intégration des deux éléments pour en faire un tag sans fil. La mesure des paramètres S_{11} est utilisée à chaque fois pour valider les concepts.

6.2.3.1 **Simulation du raccordement du résonateur à l'antenne**

Les tags 1, 2 et 3 ont été dessinés sur ADS par raccordement de l'antenne avec chacun des résonateurs associés, tel qu'illustré à la Figure 6-16. Leur dimension totale est de 1.82 cm x 3.43 cm.

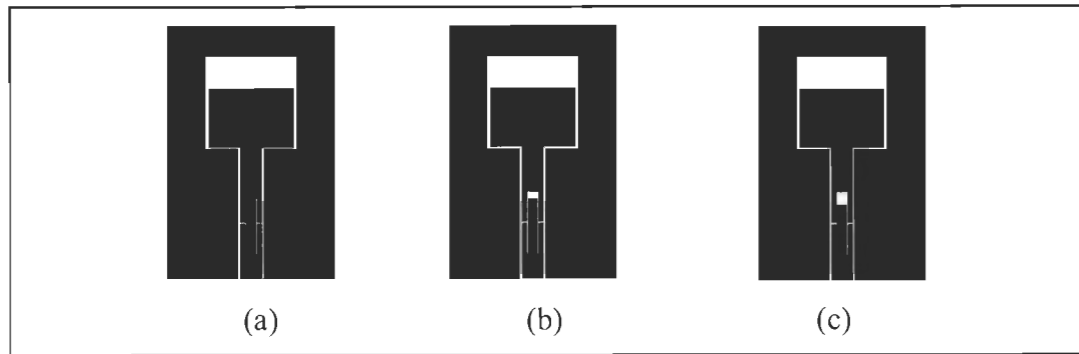


Figure 6-16 : Dessin des tags sur ADS avant fabrication (a) tag 1 ; (b) tag 2 et (c) tag 3

La variation progressive du gap C_2 est visible entre la Figure 6-16 a) représentant le tag 1, et la Figure 6-16 c) représentant le tag 3. Une simulation a été réalisée avec les paramètres S mesurés pour le résonateur et l'antenne, afin d'évaluer la fréquence d'opération des tags, qui correspond à la fréquence de résonance des deux circuits une fois raccordés. L'approche choisie est illustrée par le synoptique de la Figure 6-17. Une source RF adaptée à $50\ \Omega$ est utilisée pour tester l'ensemble résonateur + antenne, et le paramètre S_{11} est mesuré à l'entrée du bloc constituant le tag. À noter que ce sont les fichiers de mesure des composants pris isolément (résonateur et antenne) qui ont été utilisés. Les paramètres S_{11} simulés sont présentés à la Figure 6-18.

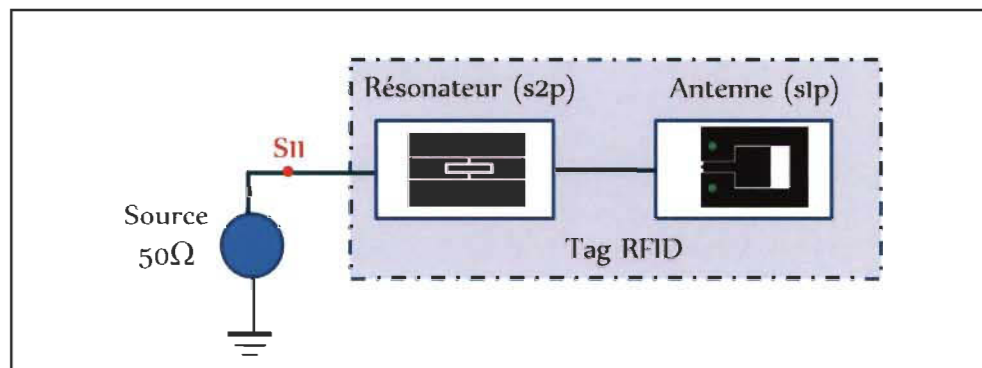


Figure 6-17 : Simulation ADS de l'ensemble résonateur + antenne

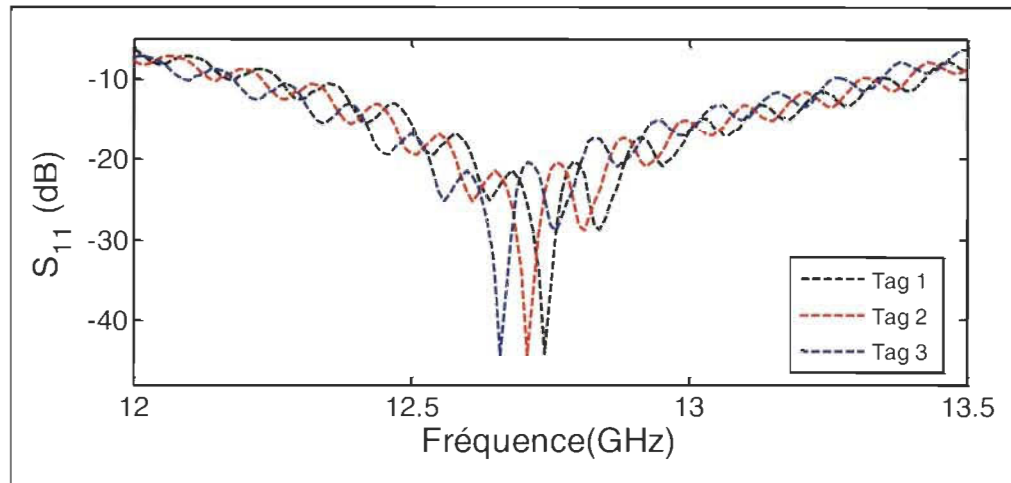


Figure 6-18 : Résultats des simulations ADS pour les tags

Les tags opéreraient à $f_r = 12.74$ GHz (tag 1), $f_r = 12.71$ GHz (tag 2) et $f_r = 12.66$ GHz (tag 3). Toutes ces fréquences sont assez proches des valeurs résonance pour chaque tag. La différence s'explique par l'adaptation d'impédance entre le résonateur et l'antenne. Les analyses effectuées ont permis d'évaluer les fréquences de fonctionnement des tags. Elles doivent maintenant être validées par la mesure. C'est l'objet de la section suivante.

6.2.3.2 Réalisation des tags RFID et mesure

Suite à la simulation, les tags ont été fabriqués au GÉGI sur substrat 4003C. La Figure 6-19 montre une photographie du tag 2 fabriqué, avec le résonateur et l'antenne correspondants. Tous les tags ont été testés au C2T3 selon le montage de la Figure 6-20. Le tag est placé à l'intérieur d'une enceinte d'isolation 100 dB, à une distance $d = 5$ cm d'une antenne cornet large bande : 0.7 – 18 GHz. L'antenne est raccordée à un analyseur de réseaux à l'aide des sorties appropriées.

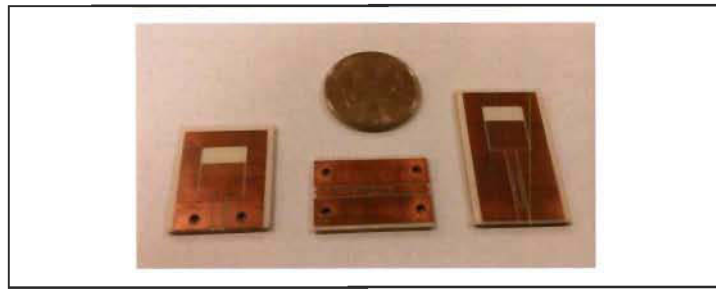


Figure 6-19 : Antenne, résonateur et tag fabriqués

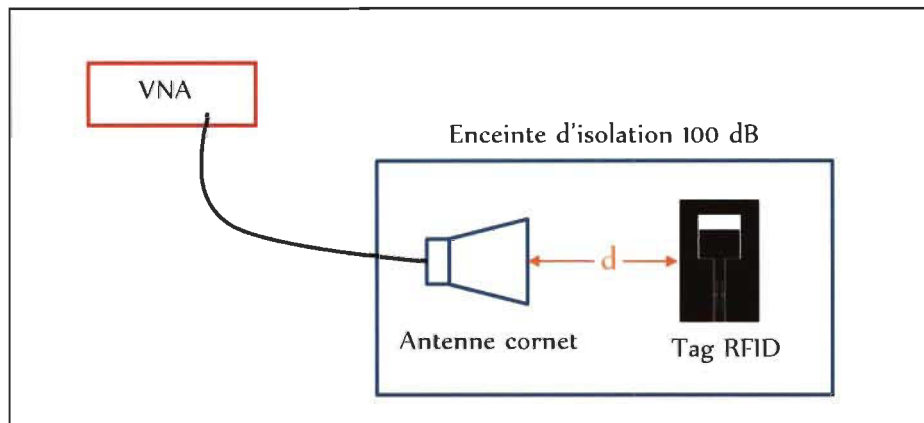


Figure 6-20 : Dispositif de tests de tags RFID

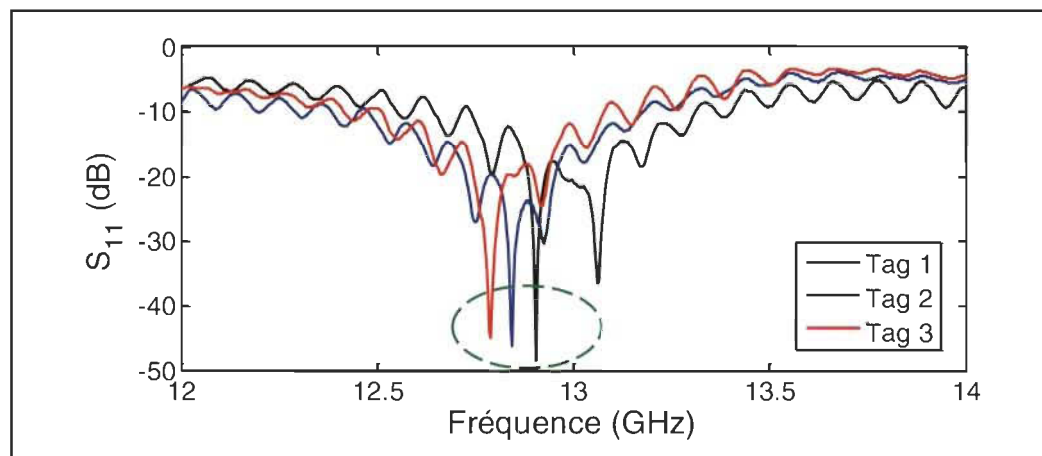


Figure 6-21 : Mesure avec les tags fabriqués

La Figure 6-21 montre les paramètres S_{11} mesurés. Les résultats obtenus à la Figure 6-21 sont proches de la simulation. Les circuits résonnent à 12.90 GHz (tag 1), 12.84 GHz (tag 2) et 12.79 GHz (tag 3), confirmant l'opération pour l'identification sans fil. Des tests supplémentaires avec une distance supérieure doivent être effectués, afin de déterminer la distance maximale de lecture.

6.2.3.3 Émulation de la fonctionnalisation du tag par substrat sensible

Cette section présente les résultats des analyses effectuées pour analyser la réponse fréquentielle d'un tag imprimé sur substrat sensible. Initialement prévus avec des circuits imprimés, cette étude est effectuée sous la forme d'une émulation en raison des contraintes rencontrées pour la fabrication par impression et de test. L'idée est inspirée du Kapton dont la permittivité relative du Kapton varie sur la plage $\epsilon_r = 3.05 - 3.85$ lorsque l'humidité varie sur la plage 0 – 100 %RH. Des substrats de différentes permittivités relatives présentés au Tableau 6-2 nous ont été fournis par Rogers. Ils permettent d'étudier le comportement du tag dans l'hypothèse de l'impression sur substrat sensible.

Tableau 6-2 : Propriétés des substrats pour l'émulation de la variation d'humidité

Substrats	ϵ_r	Tan δ	h (mm)
Duroid 5880	2.20	0.0004	1.575
Duroid 5870	2.33	0.0005	1.575
4730 JXR	2.98	0.0027	1.540
4003 C	3.55	0.0027	1.524

La géométrie des circuits utilisés est présentée à la Figure 6-24. Les dimensions de la ligne CPW pour une impédance $Z_0 = 50 \Omega$ avec un substrat 4003C sont $W = 5.713$ mm et $s = 0.391$ mm. Suivant les paramètres de la Figure 2-4, les dimensions du résonateur sont : $A = 0.300$ mm, $B = 0.300$ mm, $C_1 = 0.64$ mm, $C_2 = 1.89$ mm, $D = 0.700$ mm et $X = 20.284$ mm. La largeur de l'antenne est de $L_l = 35.4$ mm, sa hauteur est de $L_h = 17.523$ mm, et la valeur du gap est de $H = 7.53$ mm. Les dimensions totales du circuit sont de $L_{CPW} = 66.16$ mm et $l_{CPW} = 75.68$ mm. La Figure 6-23 montre les circuits réalisés au GÉGI sur les substrats du Tableau 6-2. Les fréquences de résonance des tags ont par la suite été mesurées au C2T3, selon le protocole utilisé à la section précédente. La Figure 6-24 montre la variation de la fréquence de résonance en fonction de la permittivité relative du substrat.

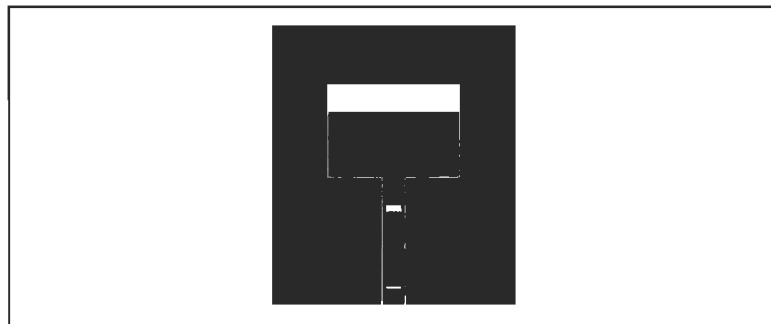


Figure 6-22 : Géométrie du tag RFID pour l'émulation



Figure 6-23 : Tags gravés sur les substrats de différentes permittivités

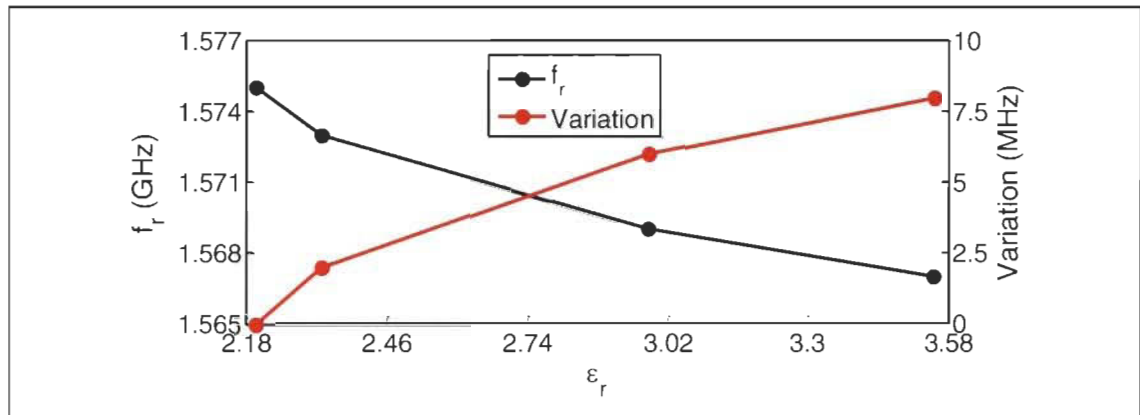


Figure 6-24 : Variation de fréquence du tag avec la permittivité relative du substrat

La fréquence de résonance est de $f_r = 1.567$ GHz avec le substrat Rogers 4003 C. Elle change pour $f_r = 1.569$ GHz avec le substrat 4730 JXR, $f_r = 1.573$ GHz avec le substrat 5870 Duroid, et $f_r = 1.575$ GHz avec le substrat 5880 Duroid. La Figure 6-24 montre une tendance claire en lien avec cette variation. Elle démontre la faisabilité de la détection environnementale par impression du tag sur un substrat sensible. Des tests avec les structures effectivement imprimées restent nécessaires pour la valider.

6.2.4 Conclusion partielle

Les tags RFID ont été proposés par un principe nécessitant une modification simple de la géométrie du résonateur pour fixer une signature fréquentielle. Dans le but de réaliser un tag passif sans fil, une antenne CPW a également été conçue. Sa bande passante couvre les fréquences de résonance du résonateur, avec un gain autour de 4 dBi. L'intégration sans fil a été réalisée avec succès, facilitée par la même technologie. La fonctionnalisation de cette structure par impression directe sur substrat sensible a été émulée. Les résultats ont montré le potentiel d'une telle approche, qui reste à valider par un prototypage en impression.

6.3 Capteur RFID à base d'une structure multi-résonante

De manière générale, l'intégration fonctionnelle demeure l'un des axes de recherche les plus intensément développés. Plusieurs approches telles que l'empilement multicouche, la double polarisation EM ou la fonctionnalisation de circuits SIW à couplage contrôlé ont été proposées [78, 98]. Dans cette section, une structure multi-résonante formée par la cascade de deux résonateurs CPW est utilisée pour la réalisation du capteur RFID, avec une preuve de concept pour la détection de température.

6.3.1 Principe et réalisation du multi-résonateur

6.3.1.1 Principe de fonctionnement

La structure multi-résonante proposée est formée par la mise en cascade de deux (2) résonateurs de la Figure 2-4. Elle est présentée à la Figure 6-25. Chaque circuit résonne lorsque la longueur de son rectangle central $X \cong \lambda/4$. Deux (2) fréquences de résonance suffisamment éloignées peuvent être choisies respectivement à partir de X_1 représentant la longueur rectangle central du résonateur I, et de X_2 représentant la longueur rectangle central du résonateur II. Chaque fréquence pourra alors être dédiée à une fonction spécifique. Dans cette partie, nous étudierons les fonctions de détection et d'identification (RFID) à travers un capteur identifiable, dont le principe est schématisé à la Figure 6-26. Dans la littérature, c'est la première recherche étudiant les propriétés de feuilles polymères pour la réalisation de la détection de température.

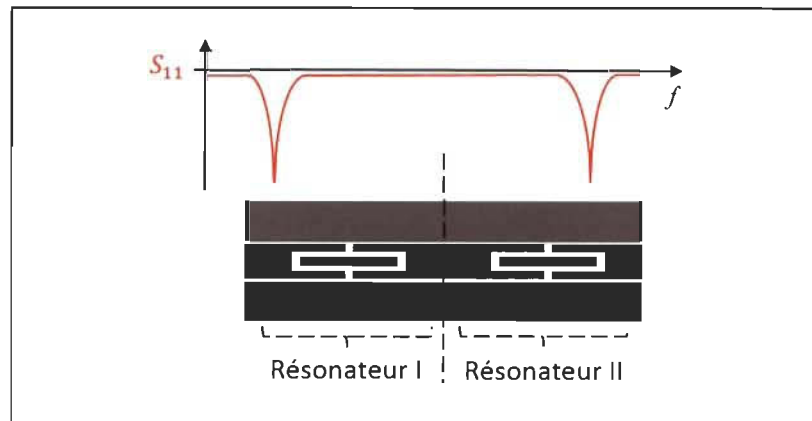


Figure 6-25 : Schéma de principe du résonateur

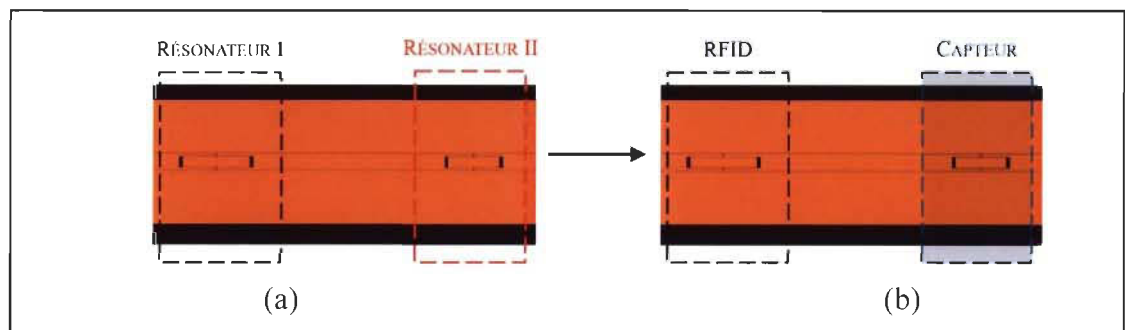


Figure 6-26 : Intégration fonctionnelle du multi-résonateur en (a) pour RFID en (b)

La structure de base constituée des deux résonateurs est reprise à la Figure 6-26 a). Tel que présenté à la Figure 6-26 b), la réalisation d'un capteur identifiable se fait en dédiant une fréquence à la détection et l'autre à l'identification. La fonction de détection est intégrée au moyen d'une feuille diélectrique sensible, dont la nature détermine l'application réalisée : une feuille thermosensible pour la détection de température ; une feuille hydrophile pour la détection d'humidité. En raison de leur cascade dans une structure en lignes de transmission (fonctionnement en série), il y a une influence mutuelle des résonateurs l'un sur l'autre, en raison de la valeur de leurs impédances. L'un des enjeux de la conception est de la minimiser, en optimisant la distance entre des résonateurs, dont les simulations en ont démontré l'impact.

6.3.1.2 Conception de la structure multi-résonante

La conception du multi-résonateur se fait en deux étapes : conception des résonateurs séparément, et intégration dans une structure unique. Pour rappel, les dimensions du résonateur de base sont données à la Figure 6-27, reprenant la Figure 2-4.

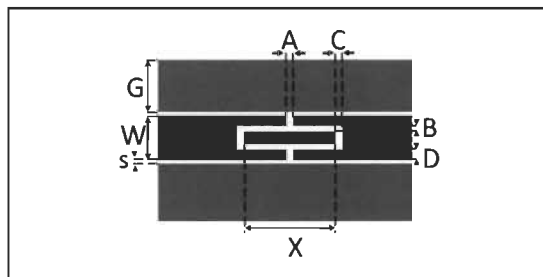


Figure 6-27 : Dimensions du résonateur

La simulation a été réalisée à l'aide du logiciel ADS, avec le substrat Rogers Duroid 5880. Les dimensions de la ligne CPW donnant une impédance caractéristique de 50Ω sont $s = 0.2 \text{ mm}$ et $W = 4.72 \text{ mm}$. La largeur du plan de masse est $G = 15.24 \text{ mm}$. Les dimensions totales du circuit sont $75.42 \times 35.6 \text{ (mm)}$. La géométrie et les dimensions des résonateurs sont présentées au Tableau 6-3.

Tableau 6-3 : Dimensions géométriques des résonateurs du multi-capteur

Dimensions	A (μm)	B (μm)	C (μm)	D (mm)	X (mm)	f_r
Résonateur 1	182	150	734	0.7	12.16	5.00 GHz
Résonateur 2	182	150	734	0.7	9.23	2.45 GHz

Les fréquences de résonances visées étaient de 2.45 GHz pour l'identification et de 5 GHz pour la détection. Les deux résonateurs ont ensuite été jumelés sur un multi-résonateur en prenant soin d'optimiser la distance entre eux.

6.3.1.3 Réalisation du multi-résonateur

Le multi-résonateur tel que conçu à la section précédente a été réalisé au GÉGI. La Figure 6-28 montre le circuit ainsi fabriqué sous test. La comparaison entre la simulation et la mesure est présentée à la Figure 6-29.



Figure 6-28 : Multi-résonateur fabriqué

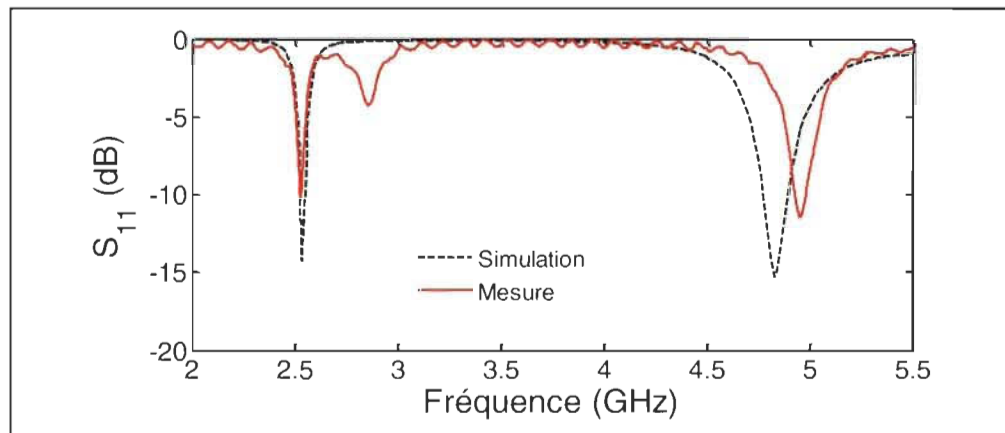


Figure 6-29 : Simulation des paramètres S_{11} et S_{21} du multi-résonateur

Les fréquences de résonance mesurées sont $f_r = 2.496$ GHz et $f_r = 4.84$ GHz, contre $f_r = 2.526$ GHz et $f_r = 4.95$ GHz en simulation respectivement. Selon notre analyse, la différence entre la théorie et la simulation s'explique par la présence des transitions nécessaires pour relier la structure multi-résonante aux connecteurs de test, ainsi que par l'imprécision sur le prototypage. La prise en compte de la distance entre les deux résonateurs en simulation peut également expliquer cette différence.

6.3.1.4 Validation par tag RFID 2 bits

Afin de valider la capacité de la structure multi-résonante à implémenter des fonctions différentes, une validation par la mesure a été effectuée. Elle consistait à faire varier le gap, et en voir l'effet aussi bien à la fréquence associée au gap que l'autre fréquence. L'exemple choisi est l'attribution d'une signature RFID dans la bande 2.45 GHz. Deux tags ont ainsi été fabriqués. La distance C_1 a été variée de 9.23 mm à 9.01 mm. Les résultats des paramètres S_{11} mesurés sont présentés à la Figure 6-30.

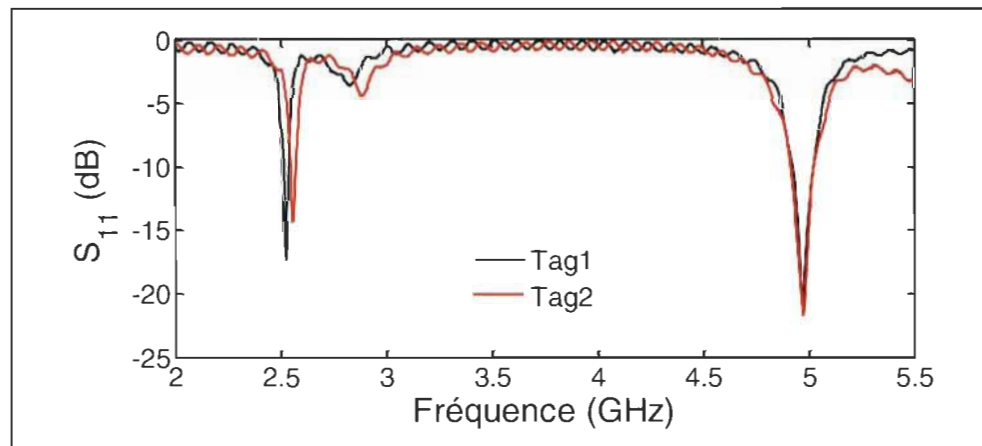


Figure 6-30 : Mesure des tags RFID avec la structure multi résonante

La modification de la dimension C_1 dans le résonateur I a permis de mettre en évidence l'utilisation du multi-résonateur pour l'identification RFID. En variant L de 9.23 mm à 9.01 mm, la fréquence de résonance passe de 2.496 GHz à 2.537 GHz (soit 41 MHz), alors que la résonance du résonateur II varie de 3 MHz, passant de 4.979 GHz à 4.976 GHz. La fréquence du résonateur I peut ainsi être utilisée pour l'identification dans la bande ISM 2.45 GHz, laissant la bande 5 GHz à la réalisation de la fonction de détection.

6.3.2 *Présentation du matériau sensible et caractérisation*

Cette section dévoile la feuille sensible utilisée pour la preuve de concept en température. C'est un plastique thermosensible et recyclable de la famille des fluoropolymères dont la plage dynamique est précisée et la caractérisation est effectuée. Le principe de détection est basé sur la sensibilité diélectrique de la feuille appliquée à un résonateur. Un prototype a été réalisé et des résultats démontrant une faible variation de résonateur RFID ont été mesurés.

6.3.2.1 **Matériau sensible**

Le matériau sensible choisi est une feuille d'éthylène tétrafluoroéthylène (ETFE), un fluoro-polymère thermoplastique issu de la polymérisation tétrafluoroéthylène (TFE) et de l'éthylène. Le motif de sa structure moléculaire est présenté à la Figure 6-31. De telles feuilles sont disponibles chez plusieurs fournisseurs sur le marché, parmi lesquels Dupont, Daikin et AG Chemicals. Celles utilisées dans cette thèse portent le nom de "Fluon", et nous ont été fournies par AG Chemicals.

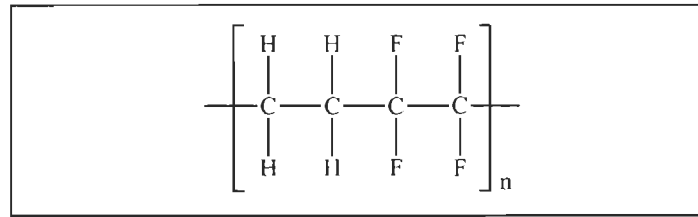


Figure 6-31 : Formule chimique de ETFE

L'augmentation de la température provoque une agitation thermique chez l'ETFE, qui rompt les liaisons de faible et de moyenne énergie. Parallèlement, les liaisons covalentes caténares telles que les liaisons fortes carbone – fluor sont moins affectées par l'agitation thermique et confèrent au matériau sa stabilité mécanique. La permittivité et l'élasticité du matériau en sont ainsi affectées, induisant une variation des propriétés diélectriques et une expansion thermique de la feuille, qui contribuent tous les deux (2) aux mécanismes de détection (voir section 2.2.1.2). Les effets combinés de la température sur les propriétés diélectriques et les dimensions débouchent sur la détection de température. Lorsque la température baisse, le matériau retrouve son état initial de par sa nature thermoplastique. La détection de température avec l'ETFE est donc réversible et répétable. L'ETFE possède plusieurs propriétés attractives parmi lesquelles une large plage dynamique de température, une excellente transmittance lumineuse et une très bonne résistance chimique [111]. De plus, c'est un matériau recyclable. Les équations de variation de la permittivité relative du Fluon avec la température de 15 à 175 °C, que nous avons extraites et adaptées de sa fiche technique sont données en (6.2). La Figure 6-32 trace ces courbes en précisant la plage dynamique de mesure accessible. La zone de test accessible est : $23\text{ °C} \leq T \leq 80\text{ °C}$. Sa valeur minimale est fixée par les conditions ambiantes, et sa valeur maximale par la tolérance en température de la sonde utilisée.

$$\varepsilon_{rF}(T) = \begin{cases} -\frac{T}{1750} + 2.6586 & 15^\circ\text{C} \leq T \leq 67.5^\circ\text{C} \\ -\frac{T}{489} + 2.7581 & 67.5^\circ\text{C} \leq T \leq 175^\circ\text{C} \end{cases} \quad (6.2)$$

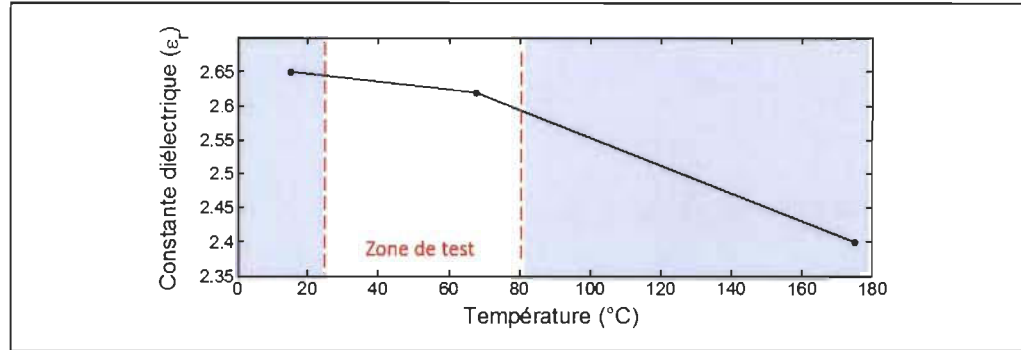


Figure 6-32 : Variation de la permittivité du Fluon avec la température

6.3.3 Réalisation et test du capteur identifiable

Cette section présente la validation du concept de capteur de température RFID par le prototypage et l'expérience. La réalisation du prototype, le protocole de test, l'analyse et la comparaison des résultats obtenus avec la littérature y sont présentés.

6.3.3.1 Intégration de la feuille sensible à la température

Pour intégrer la fonction de détection au multi-résonateur, une feuille sensible de Fluon a été déposée sur le multi-résonateur comme le montre la Figure 6-33. La feuille de Fluon a été déposée sur le résonateur 5 GHz. Elle provoque un décalage $\Delta f = 390$ MHz sur la fréquence de résonance, qui reflète son influence diélectrique. L'autre résonateur qui sera utilisé pour l'identification RFID, subit un décalage $\Delta f = 8$ MHz. La variation de la température au voisinage du capteur provoquera principalement une variation de la fréquence de résonance du circuit recouvert de la feuille sensible.



Figure 6-33 : Réalisation du capteur de température

6.3.3.2 Équipement de test

Le synoptique du banc de test utilisé pour tester le capteur aux différentes conditions de température est donné à la Figure 6-34. La température est générée par la chaleur émanant d'une plaque chauffante. Le capteur est accroché à une hauteur $h = 30$ cm, suffisamment éloignée de la source de chaleur pour soumettre le capteur à un effet de température, tout en limitant la condensation et les variations d'humidité. Une sonde HH314A de la compagnie Omega placée tout près du dispositif sous test indique la température et l'humidité en temps réel. Un analyseur de réseaux est connecté aux bornes du multi-résonateur et permet de mesurer les paramètres S , à tout moment. La Figure 6-34 b) en présente des photos prises. La température augmente de manière graduelle avec le temps, avec une moyenne de 1.2 °C/min, partant de 23 °C aux conditions ambiantes. La Figure 6-35 montre l'augmentation de la température avec le temps lors de ce test. Les points de mesure sont : 23 °C, 34 °C, 48 °C, 60 °C, 74 °C et 80 °C.

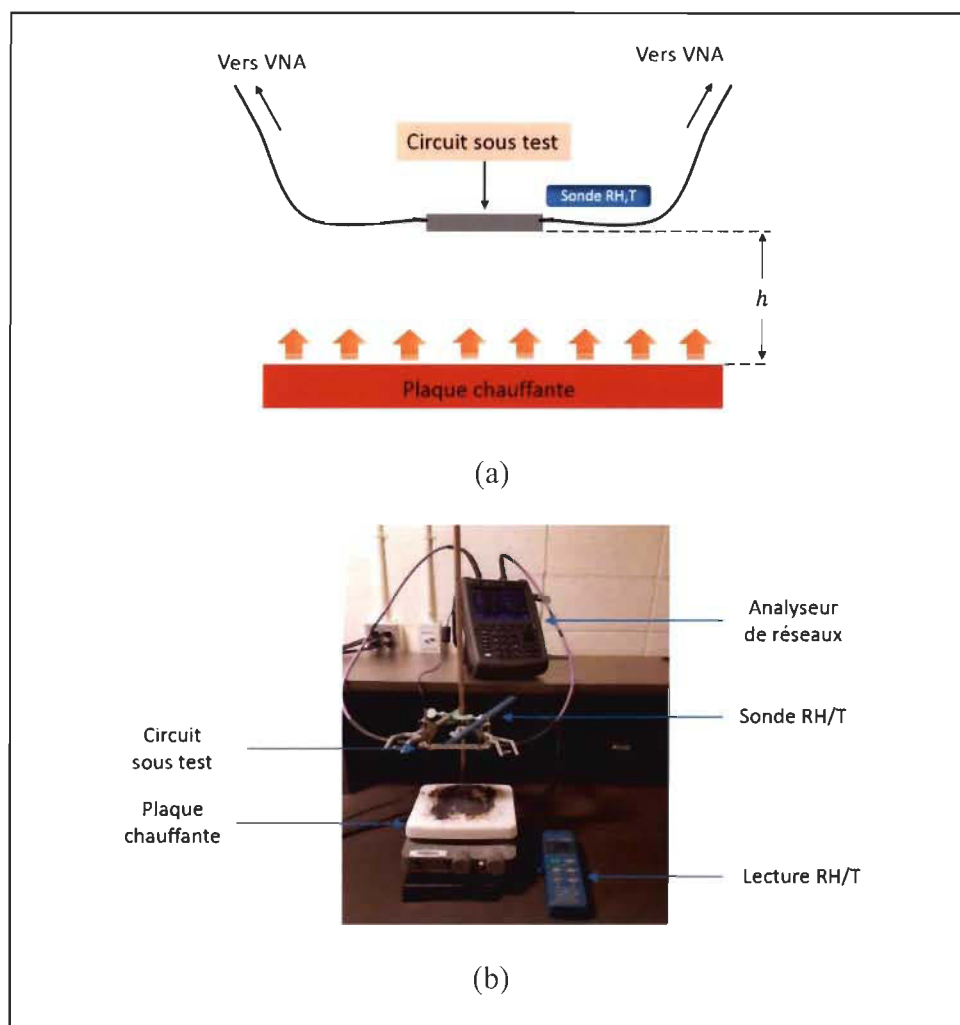


Figure 6-34 : Banc de test de température (a) synoptique ; (b) montage

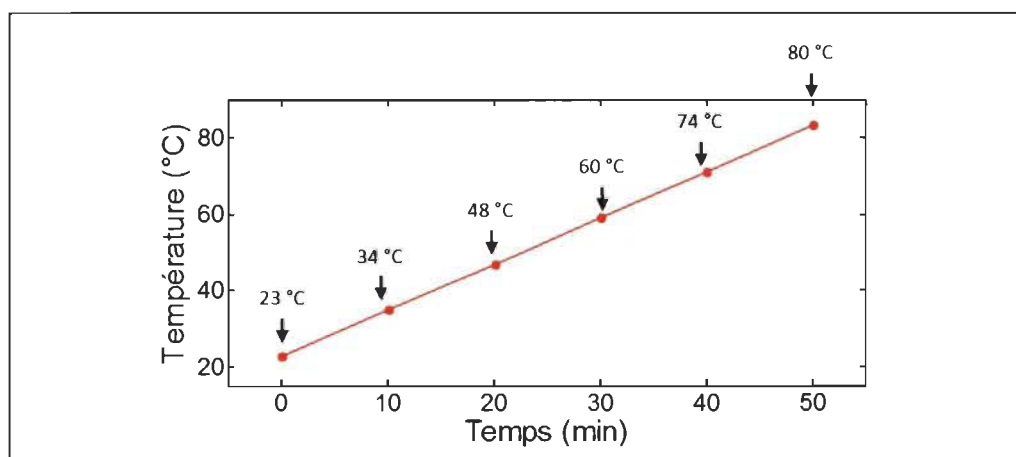


Figure 6-35 : Variation de température au cours du test

6.3.3.3 Résultats des mesures et comparaison

La réponse du capteur de température est mesurée par les variations du paramètre S_{11} en module, dont les résultats sont présentés à la Figure 6-36. Elle montre une variation de la fréquence de résonance du résonateur recouvert avec la température de 232 MHz, tandis que le résonateur non recouvert reste pratiquement fixe, avec une variation de 7.8 MHz. Ce résultat valide une fois de plus l'utilisation du premier pour la détection, et du second pour la signature RFID, dans la bande RFID ISM 2.45 GHz.

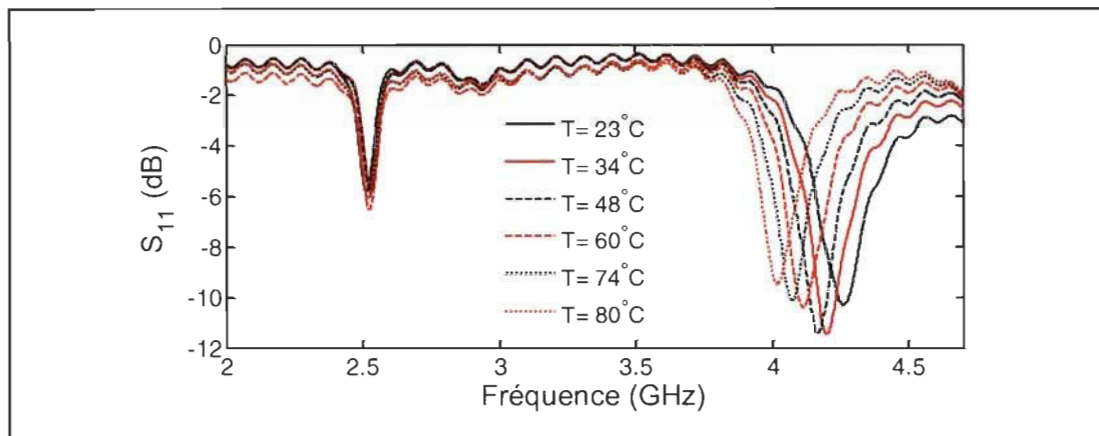


Figure 6-36 : Variation du paramètre S_{11} en module avec la température mesurée

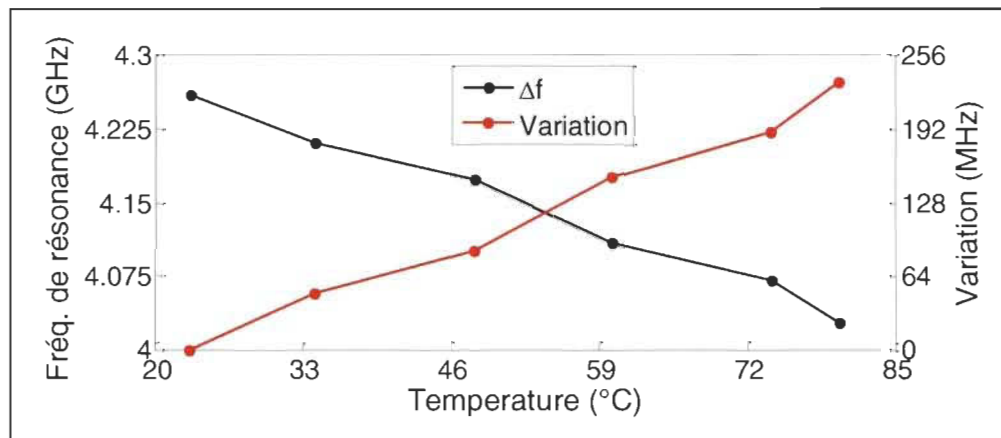


Figure 6-37 : Variation de la phase de S_{21} avec la température

La courbe reliant la variation de la fréquence de résonance avec la température est présentée à la Figure 6-37. Elle montre une variation linéaire sur la plage 23 – 80 °C. Avec une variation totale de 232 MHz, la sensibilité est de 4.07 MHz/°C. L'évolution du facteur de qualité toute la plage dynamique de température a été analysée. Le facteur de qualité baisse de 91.5 à 65.9 lorsque la température passe de 23 à 80 °C. Cette dégradation est due à la variation de la fréquence de résonance, l'augmentation de pertes diélectriques avec la température, et l'influence de la température sur la conductivité du cuivre. Le pic demeure visible et mesurable. De manière logique, les pertes de transmission augmentent. Elles passent -2.67 dB à la température 23°C à -3.79 dB à la température de 80 °C, soit une variation de -1.12 dB. La variation totale de la phase de S_{21} de la structure multi-résonante est de $\Delta\phi_{21} = 13.35^\circ$, pour une variation $\Delta S_{21} = 3.79$ dB. Elle peut donc également être utilisée comme déphaseur pour la détection, avec un facteur de mérite $F_\phi = 11.91^\circ/\text{dB}$. Le capteur a été comparé à d'autres capteurs de température micro-ondes de la littérature.

Tableau 6-4 : Structures micro-ondes pour la détection de température

Structures	Matériau sensible	Sensibilité (MHz/°C)	Plage	Réf.
Tag sans puce	BST	3.05	20 – 85	[112]
Tag sans puce	DR	0.32	20 – 370	[113]
Multi-capteur SIW	FR4	1.07	23 – 60	[78]
Multi-résonateur CPW	Fluon	4.07	23 – 80	Cette thèse

Les références [78] et [113] proposent des structures 3D dont la réalisation est complexe et les résultats largement inférieurs à ceux du multi-résonateur de cette thèse. Les sensibilités

respectives sont en effet de 1.07 MHz/°C et 0.32 MHz/°C contre 4.07 MHz/°C. La référence [112] propose une structure planaire sans fil, avec un varactor à base de Barium-Strontium-Titanate (BST). Sa sensibilité est de 3.05 MHz/°C. Le capteur proposé ici est intégrable dans les chaînes RF par la méthode assez simple du dépôt d'une feuille diélectrique de Fluon, qui reste un matériau plus accessible que le BST.

6.3.4 Conclusion partielle

Suite aux capacités d'intégration sans fil démontrées à la section 6.2, la structure multi-résonante en technologie CPW a été utilisée dans cette section pour démontrer ses capacités d'intégration fonctionnelle. Un substrat polymère adapté à la détection de température a été identifié, caractérisé et intégré. Son caractère recyclable en fait un matériau qui rejoint notre objectif d'incorporer des matériaux respectueux de l'environnement pour la détection micro-ondes. La preuve de concept d'un capteur identifiable pour la détection de température a été réalisée. Elle est extensible à d'autres applications. La sensibilité mesurée est de 4.07 MHz/°C, nettement supérieure aux précédents travaux réalisés malgré une grande simplicité d'implémentation.

6.4 Autres travaux d'intégration

Cette section présente les autres travaux d'intégration réalisés au cours de cette thèse. Ils ont été réalisés dans l'optique d'intégrer la transmission sans fil aux capteurs proposés. Les motivations étaient principalement d'utiliser les fréquences gratuites ISM pour la communication, et l'intégration multi-bande afin de diversifier les fonctions à travers la

même antenne. Les antennes proposées sont de type patch. Les défis d'interconnexion avec les antennes de CPW ont compliqué leur intégration pour la formation de capteurs sans fil. Néanmoins, elles restent attractives pour plusieurs applications aux fréquences concernées, justifiant leur présence dans cette thèse. La section 6.4.1 présente une antenne double bande opérant dans la bande ISM 434 MHz dédiée aux applications biomédicales, et la bande 915 MHz destinée aux applications UHF RFID. La section 6.4.2 traite d'une antenne qui en plus de ces deux bandes, opère également dans la bande 1.644 – 2.612 GHz, qui inclut les bandes GSM, IEEE 802 et RFID 2.45 GHz.

6.4.1 Antenne double bande ISM [114]

Cette section présente la conception, la réalisation et les résultats de mesure (paramètre S_{11} et patrons de rayonnement) d'une antenne double-bande ISM opérant dans la bande 434 MHz et 915 MHz.

6.4.1.1 Conception de l'antenne 434/915 MHz

L'approche de conception de cette antenne double bande consiste à superposer deux antennes dipôles indépendantes, et aux fréquences de résonance alignées sur chacune des bandes individuelles visées (Figure 6-38). Dans chaque moitié, chaque bras d'antenne définit ainsi une fréquence d'opération. Tenant compte des propriétés du substrat Rogers 4003C ($\epsilon_r = 3.55$, $\tan\delta = 0.0027$, $h = 1.524$ mm et $t = 35$ μ m sur chaque face), les longueurs de bras ont été évaluées à 39.70 cm pour la fréquence de 434 MHz, et 17.45 cm pour la fréquence de 915 MHz.

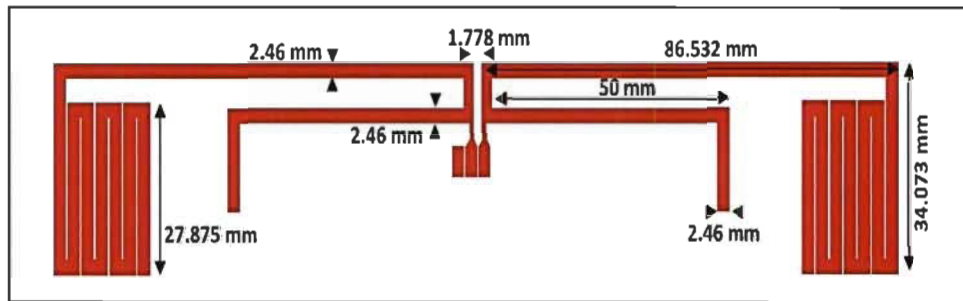


Figure 6-38 : Géométrie de l'antenne double bande 434/915 MHz

Devant de telles dimensions, une approche de miniaturisation était nécessaire pour compacter l'antenne. Le plus long bras a été serpenté et le plus petit bras a été replié. Toutes les dimensions (largeurs et distances) ont ensuite été optimisées durant la phase de simulation sur ADS de façon à préserver un gain optimal et le caractère omnidirectionnel du rayonnement de l'antenne. La dimension totale de l'antenne est de 17.34 cm x 34.1 cm. Les fréquences de résonance en simulation sont de 438 MHz et 887.5 MHz. Les bandes passantes à -10 dB sont respectivement de 38.6 MHz et 37.5 MHz. Une analyse des champs EM de l'antenne a été réalisée.

Les résultats présentés de l'analyse EM à la Figure 6-39 et la Figure 6-40 confirment l'approche de design utilisée. Dans la Figure 6-39, pratiquement toute l'énergie absorbée par l'antenne est dirigée vers le bras le plus long, assurant ainsi l'opération à 434 MHz. À l'inverse, d'après la Figure 6-40 pratiquement toute l'énergie absorbée à 915 MHz est dirigée vers le bras le plus court.

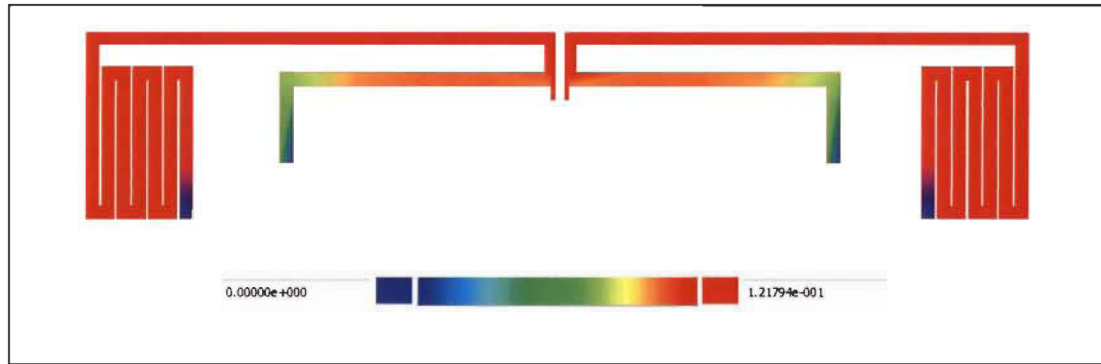


Figure 6-39 : Distribution du champ EM pour l'antenne double-bande à 434 MHz

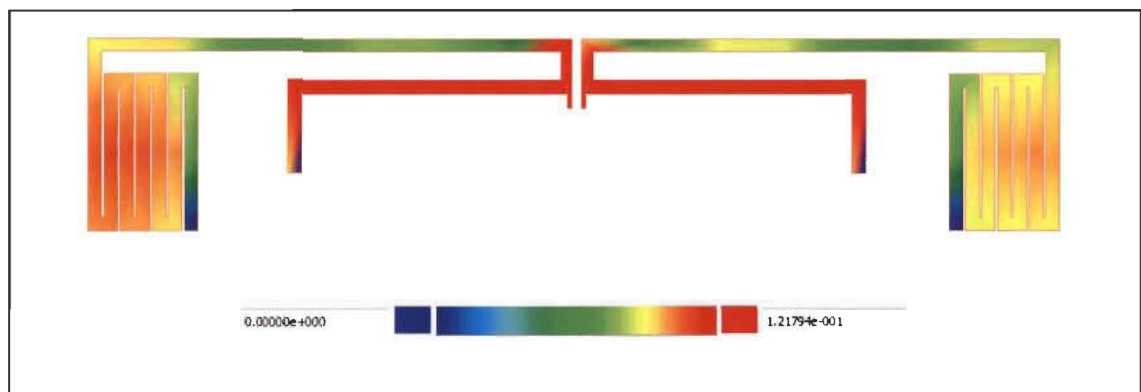


Figure 6-40 : Distribution du champ EM pour l'antenne double-bande à 915 MHz

6.4.1.2 Fabrication et résultats expérimentaux

Suite aux simulations, l'antenne a été fabriquée au GÉGI sur substrat 4003C, représentée par l'image à la Figure 6-41. Le paramètre S_{11} de l'antenne double-bande a été mesuré. La comparaison entre la simulation et la pratique présentée à la Figure 6-42 vient valider par la mesure l'opération effective dans les bandes ISM ciblées. La bande passante à 10 dB est $BP_{10\text{ dB}} = 47\text{ MHz}$ entre 423 et 470 MHz pour la fréquence 434 MHz. Elle est de 60 MHz entre 896 et 956 MHz pour la fréquence 915 MHz.



Figure 6-41 : Antenne double bande ISM fabriquée

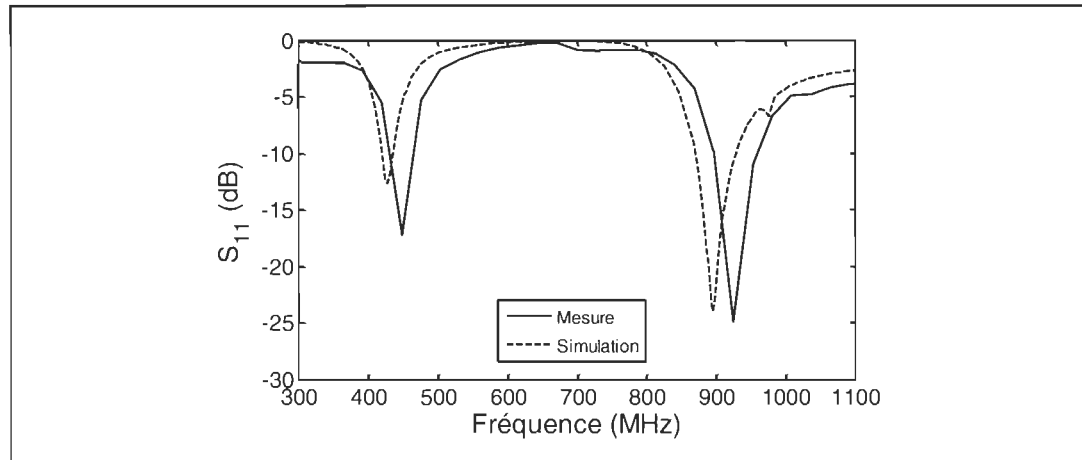


Figure 6-42 : Paramètres S_{11} simulé et mesuré pour l'antenne double bande ISM

6.4.1.3 Patrons de rayonnement

Les patrons de rayonnement ont été mesurés au C2T3 avec RF Expert, pour chacune des bandes ISM. L'orientation des axes lors de la mesure du patron de rayonnement est présentée à la Figure 6-43. La Figure 6-44 et la Figure 6-45 montrent les résultats de mesure. Les patrons de rayonnement mesurés démontrent le caractère omnidirectionnel des antennes fabriquées, caractéristique des antennes dipôles. Le gain mesuré est de 1.8 dBi à 433.3 MHz, et de 2.07 dBi à 916.6 MHz.

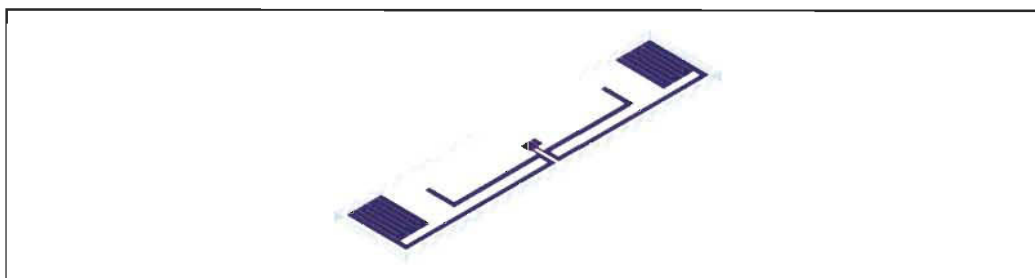


Figure 6-43 : Orientation des axes pour la mesure des patrons de rayonnement

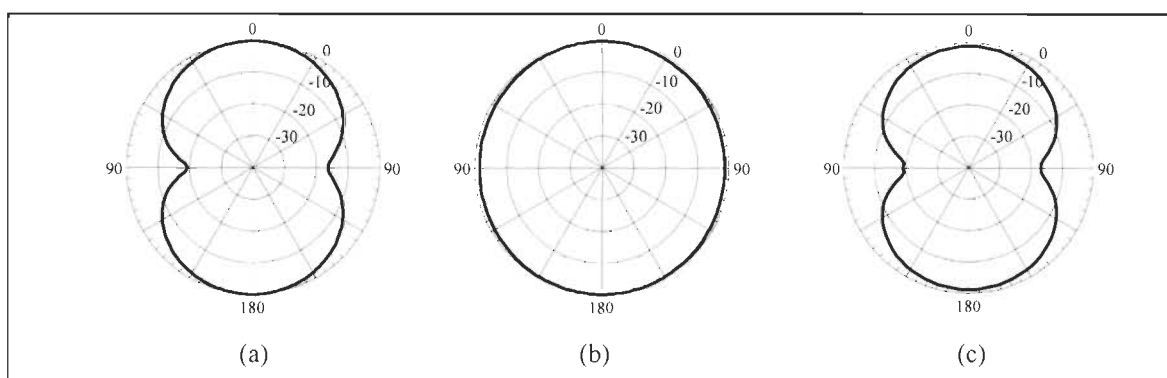


Figure 6-44 : Patrons de rayonnement de l'antenne double bande à 433.3 MHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan z-y.

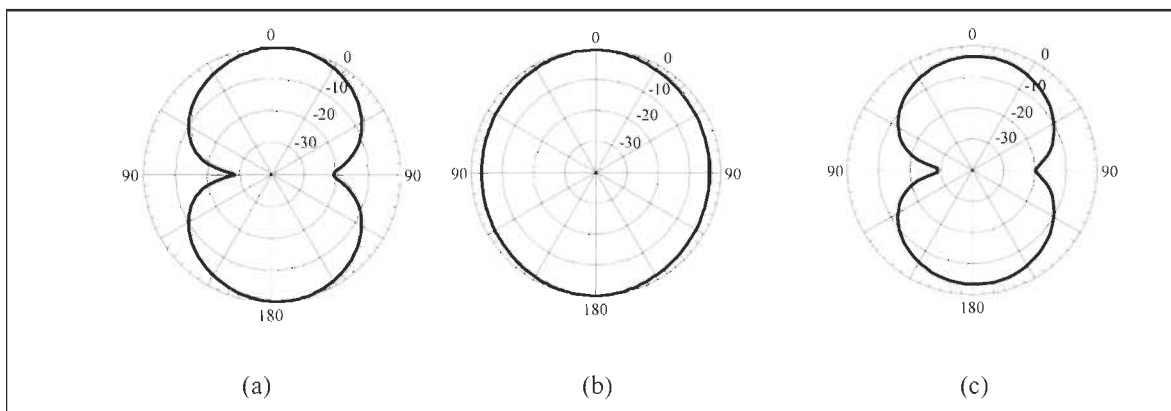


Figure 6-45 : Patrons de rayonnement de l'antenne double bande à 916.6 MHz (a) plan x-z, (b) plan y-z et (c) plan z-y.

6.4.2 Antenne triple-bande ISM [109]

Cette section présente une antenne triple-bande ISM. En plus des bandes 434 MHz et 915 MHz présentées dans la section précédente, la bande 2.45 GHz est rajoutée pour intégrer la fonction d'identification (RFID). Elle est cependant incluse dans une bande plus large, ouvrant ladite antenne à des fonctions de réseautique IEEE-802 ou des applications GSM. La conception, la réalisation et la mesure de l'antenne triple-bande ISM sont présentées ici.

6.4.2.1 Conception et Simulation de l'antenne

À l'image de l'antenne à la section 6.4.1.1 relative à la conception de l'antenne double bande précédente, la méthodologie de design de l'antenne triple-bande consiste également à la juxtaposition de deux antennes dipôles : une antenne opérant à 434 MHz et une autre opérant à 915 MHz. L'épaisseur des traces de chaque antenne est choisie pour adapter le bras correspondant à $50\ \Omega$ pour la fréquence ciblée. La stratégie de miniaturisation ici était plutôt de replier le bras le plus long. La conséquence est l'apparition d'une bande d'opération entre 1.644 GHz et 2.612 GHz. Toutes les dimensions sont ensuite optimisées par simulation pour assurer l'opération de l'antenne dans les trois bandes désirées, tout en maintenant des bandes passantes attractives. Les dimensions finales sont données à la Figure 6-46.

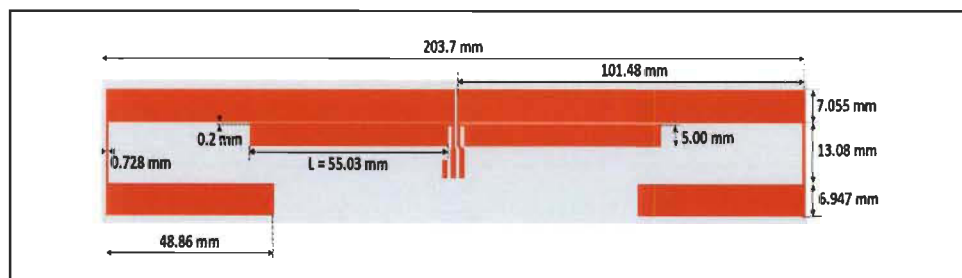


Figure 6-46 : Géométrie de l'antenne triple-bande ISM

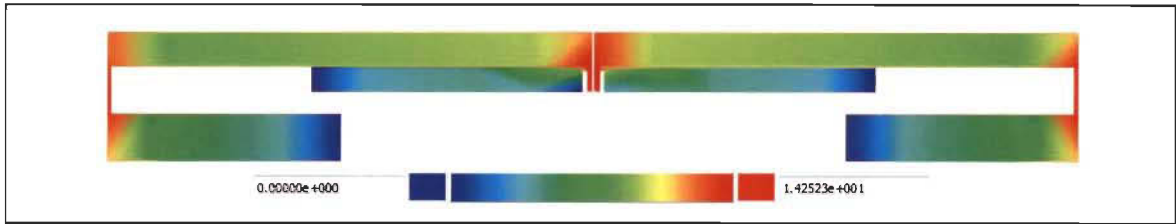


Figure 6-47 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 434 MHz

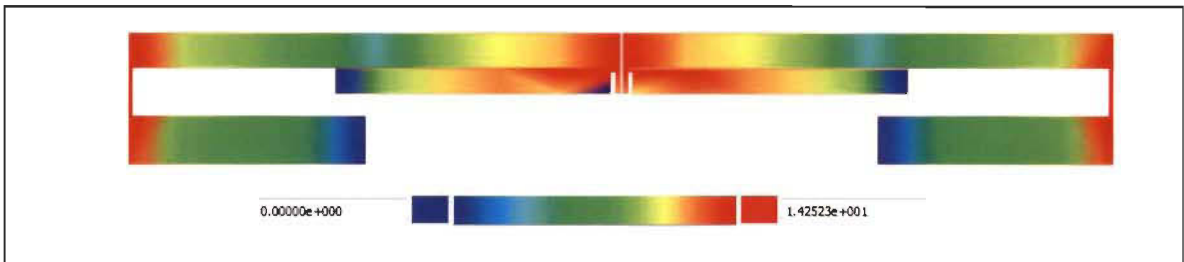


Figure 6-48 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 915 MHz

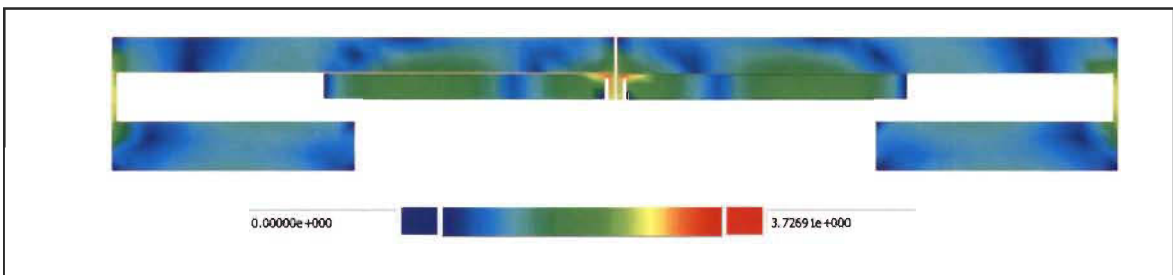


Figure 6-49 : Distribution des champs EM de l'antenne triple-bande à 2.45 GHz

Les fréquences de résonance de l'antenne sont 440.3 MHz et 918.6 MHz. Trois bandes passantes à -10 dB sont identifiées : une bande de 78 MHz entre 418 et 496.3 MHz, une bande de 25.7 MHz entre 905.6 et 931.3 MHz, ainsi qu'une bande de 968 MHz entre 1.644 et 2.612 GHz. Le fonctionnement de l'antenne a été validé par une analyse de la répartition de l'énergie électromagnétique en fonction de la fréquence. La Figure 6-47 et la Figure 6-48 viennent confirmer l'approche de design choisie. Dans la Figure 6-47, pratiquement toute l'énergie aspirée par l'antenne est dirigée vers le bras le plus long, assurant l'opération à 434 MHz. Au même moment, il n'y a pratiquement pas d'énergie aspirée par le bras le plus court.

Dans Figure 6-48, une très forte proportion de l'énergie aspirée est dirigée vers le bras le plus court et reste autour de ce bras. La fréquence de résonance est donc fixée par ce bras à 915 MHz. La Figure 6-49 démontre une répartition plus équilibrée de l'énergie disponible aux plus hautes fréquences. Le code de couleur nous indique que le meilleur gain sera atteint dans la bande de 915 MHz.

6.4.2.2 Fabrication et résultats expérimentaux

L'antenne a été fabriquée après simulation au GÉGI sur substrat RO4003C de Rogers (Figure 6-50). Le paramètre S_{11} a été mesuré. Les résultats présentés à la Figure 6-51 montrent une bonne corrélation entre la mesure et la simulation. L'antenne présente des bandes passantes attractives aussi bien à -10 dB que -15 dB. Le Table 6-5 montre que la bande passante reste inchangée de 1.644 GHz à 2.612 GHz. Elle diminue de 78 MHz à 39.4 MHz dans la bande ISM de 434 MHz et de 25.7 MHz à 4.2 MHz dans la bande ISM de 915 MHz. Le Table 6-5 résume les performances de l'antenne triple bande sur chacune des bandes d'intérêt.



Figure 6-50 : Photographie de l'antenne triple-bande fabriquée

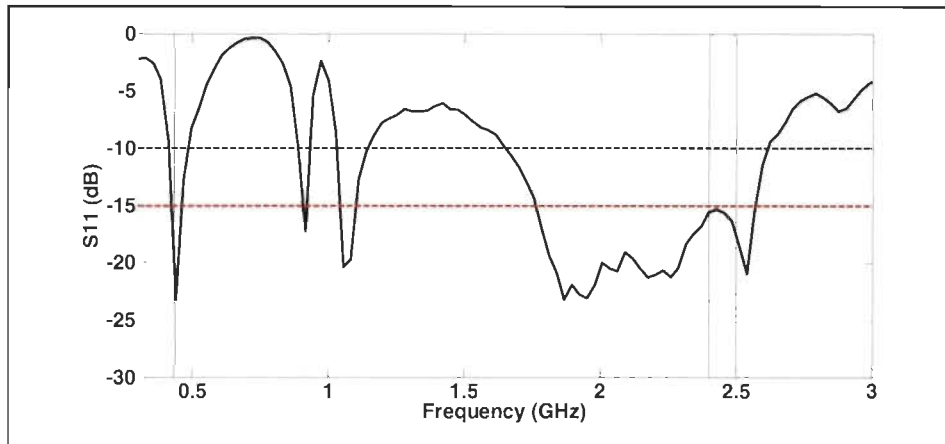


Figure 6-51 : Paramètres S_{11} simulé et mesuré de l'antenne triple-band

Table 6-5 : Performances de l'antenne triple-band ISM mesuré

Résonance	-10 dB BW	-15 dB BW	Gain	Applications
440.3 MHz	418.3 – 496.3 MHz (78 MHz)	421.4 – 460.8 MHz (39.4 MHz)	1.55 dBi	ISM 434 MHz
918.6 MHz	905.6 – 931.3 MHz (25.7 MHz)	915.2 – 919.4 MHz (4.2 MHz)	2.40 dBi	ISM 915 MHz
-	1.644 – 2.612 GHz (968 MHz)	1.644 – 2.612 GHz (968 MHz)	4.05 dBi	ISM 2.45 GHz IEEE 802.11 GSM Wi-Max WLAN

6.4.2.3 Patrons de rayonnement

Les patrons de rayonnement ont été mesurés. La Figure 6-52 présente l'orientation de l'antenne lors des mesures effectuées au C2T3. Les fréquences mesurées ont été choisies dans chacune des bandes d'intérêt : 436.4 MHz, 916 MHz et 2.45 GHz. Les résultats pour la bande 434 MHz sont présentés à la Figure 6-53, qui montrent une radiation quasi-omnidirectionnelle à cette fréquence. La couverture reste logiquement plus importante sur le plan y-z normal à l'antenne.

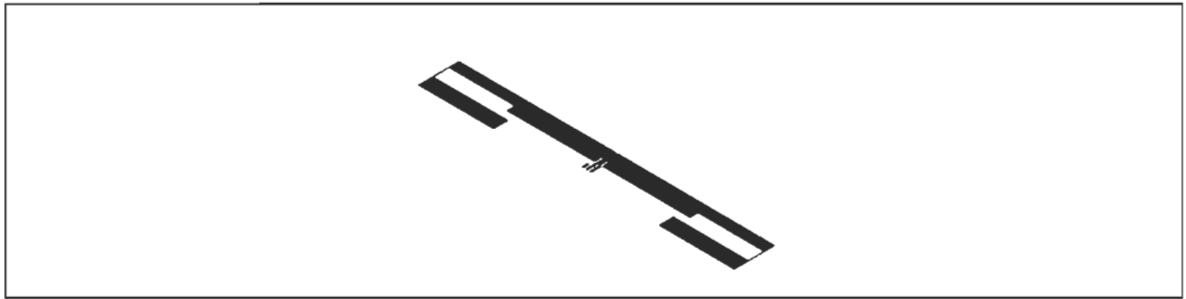


Figure 6-52 : Orientation des axes lors de la mesure des patrons de rayonnement

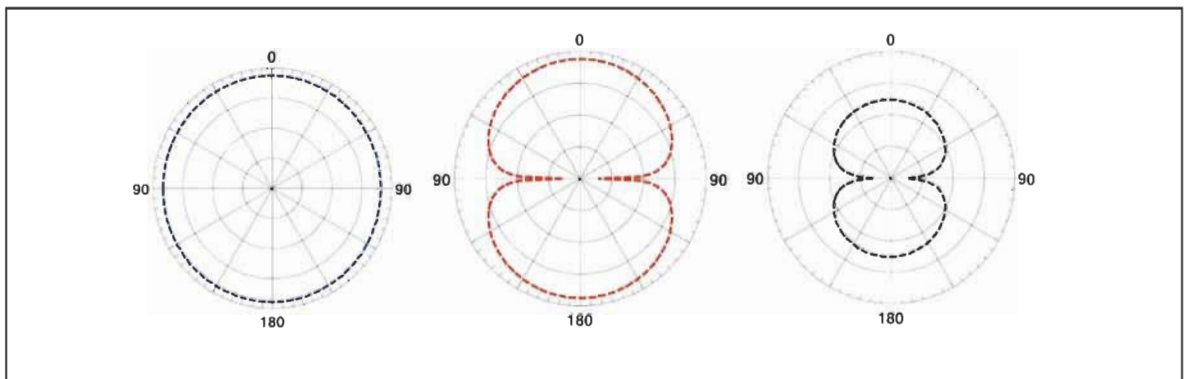


Figure 6-53 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 436.4 MHz

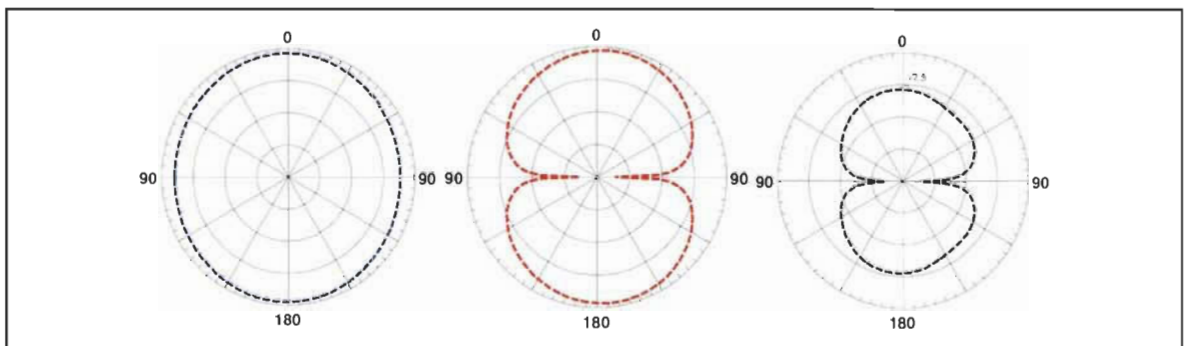


Figure 6-54 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 916 MHz

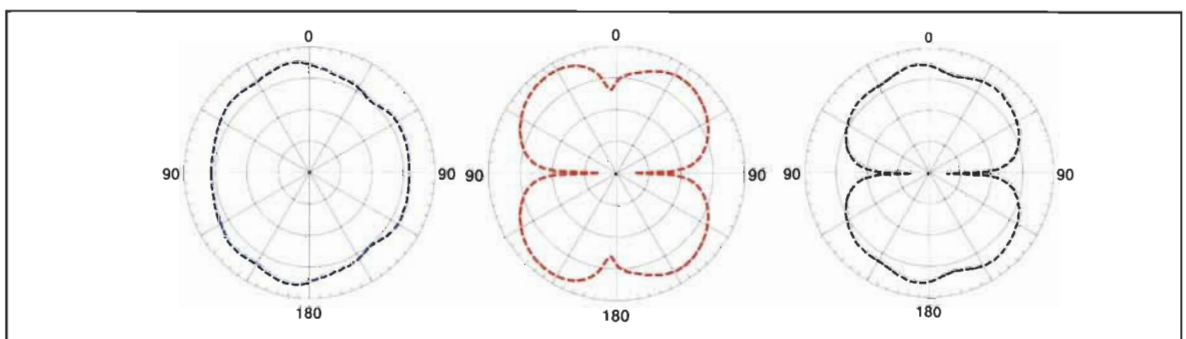


Figure 6-55 : Patrons de rayonnement plan (a) x-z ; (b) y-z ; (c) x-y à 2.45 GHz

Les résultats de la bande 915 MHz présentés à la Figure 6-54 affichent les mêmes tendances. La Figure 6-55 traitant de la bande 2.45 GHz possède cependant un comportement différent. L'une des explications possibles est que cette résonance est issue d'un mode propre à l'antenne, contrairement aux deux premières bandes voulues dipolaires dans la conception. Elle conserve toutefois un caractère pratiquement omnidirectionnel, à l'exception d'extrémités légèrement aplaties. Le Table 6-5 montre les paramètres des antennes mesurés. Le meilleur gain est obtenu dans la bande 2.45 GHz, autour de $A_V = 4.05$ dBi.

6.5 Conclusion du chapitre

Ce chapitre a montré des approches d'intégration applicables à des capteurs micro-ondes en technologie CPW. L'approche modulaire adoptée a fait ses preuves aussi bien pour l'intégration sans fil que l'intégration RFID. Un tag sans fil formé du résonateur et d'une antenne CPW a été réalisé. Sa fonctionnalisation permettrait la détection environnementale grâce aux approches proposées aux chapitres précédents, notamment avec les technologies d'impression. À cet effet, une émulation applicable à la détection d'humidité par Kapton a été réalisée. Dans une structure cascade de deux résonateurs, la réalisation d'un tag multi-bits ou celle d'un capteur identifiable est possible. Le choix des matériaux de fonctionnalisation oriente l'application de détection réalisée. Ce chapitre a démontré l'utilisation d'un polymère thermosensible pour la détection de température. Dans cet ensemble de possibilités, des analyses pour l'intégration multi-capteurs constituent une avenue intéressante à l'effet de proposer la réalisation originale de multi-capteurs imprimés. Des antennes multi-bandes ont également été proposées. Les bandes ISM couvertes en permettent l'opération aux fréquences 434 MHz, 915 MHz et 2.45 GHz, pour la réalisation des fonctions RFID et de détection.

7. Conclusion

Dans la thématique globale de la détection environnementale, cette thèse a présenté des concepts, des analyses et des résultats mettant en exergue le potentiel des technologies d'impression et des matériaux biodégradables pour l'émergence d'une nouvelle catégorie de capteurs sans fil. La construction d'un nouveau standard intégrant la performance, le coût et la préservation de l'environnement ont guidé les différents choix de cette recherche. Ceux-ci nous ont conduits vers trois principales facettes d'une démarche singulière, originale et cohérente : l'impression par sérigraphie, l'utilisation des composants à lignes de transmission et l'intégration des produits de la biomasse lignocellulosique en vue de leur revalorisation. Elle a été menée en contexte multidisciplinaire et avec rigueur. Ainsi, en plus de la validation systématique des concepts par l'expérience, la méthodologie adoptée laisse une bonne place à l'optimisation des procédés, l'analyse de la performance et la simplicité des approches d'intégration de matériaux biodégradables sensibles, quelle que soit la phase physique (gels, feuilles et encres sensibles). Les principaux résultats sont présentés à la section 7.1 et les recommandations à la section 7.2.

7.1 Principaux résultats

Les principaux résultats obtenus lors de cette thèse sont les suivants :

(1) Fonctionnalisation d'un résonateur CPW en contexte d'impression

Ayant démontré l'originalité des technologies à lignes de transmission pour la détection avec les techniques d'impression, un résonateur CPW favorisant une exploitation efficace des matériaux d'impression a été identifiée. Son analyse EM a conduit à des approches de fonctionnalisation adaptées aussi bien à des matériaux sensibles sous diverses phases physiques (gels, feuilles sensibles et encres sensibles) qu'à des composants micro-ondes à divers modes de fonctionnement (en réflexion et en transmission).

(2) Nouveaux matériaux biodégradables pour la détection d'humidité aux fréquences RF

Des matériaux sensibles biodégradables issus de la biomasse lignocellulosique ont été proposés à la communauté des capteurs micro-ondes. Ils couvrent aussi bien du bois chimiquement traité donnant des nano-fibres de cellulose, que du bois mécaniquement traité donnant de la pâte thermomécanique. Leur caractère hydrophile a été renforcé par le procédé aTEMPO. Ils ont été intégrés sous forme de gels et de feuilles pour la détection. Les nano-fibres de cellulose ont aussi été utilisées comme matrice, à l'effet d'insérer du PVOH et du PPy. L'ajout de PVOH a grandement amélioré la sensibilité sous forme de gel, et l'ajout du PPy a permis l'utilisation de ses propriétés semi-conductrices pour une détection en phase.

(3) Nouveau substrat sensible pour la détection d'humidité en contexte d'impression

Dans la littérature des capteurs micro-ondes imprimés, le polyimide Kapton était le principal substrat sensible imprimable. Cette thèse propose un nouveau substrat sensible à base de nanocellulose oxydée : NCTO/PVOH-2. D'un angle de contact $\theta = 60^\circ$ et d'un temps d'absorption rapide (< 3 minutes), il est capable de supporter jusqu'à 110°C , à très faible empreinte écologique (contient 2% de PVOH) et est hautement sensible à l'humidité. Des critères optimaux de fabrication de ce substrat ont été identifiés par une analyse paramétrique des matériaux et des procédés mis en jeu.

(4) Structure multi-résonante pour l'intégration RFID

Une structure multi-résonante à deux bandes pour l'intégration multifonctionnelle des capteurs imprimés a été proposée. L'indépendance des deux fréquences est surtout assurée par l'optimisation de la distance qui sépare les deux résonateurs. Son potentiel pour les applications RFID 2 bits et la réalisation d'un capteur avec signature RFID a été démontrée. Une feuille thermosensible a été utilisée à cet effet pour ajouter la détection de température au panel des paramètres environnementaux traités dans cette thèse.

(5) Antennes multi-bandes ISM

Une antenne double bande opérant dans les bandes ISM 434/915 MHz et une antenne triple bande 434/915/2450 MHz ont été proposées. Les bandes ISM concernées permettent d'implémenter des applications biomédicales, des applications de réseautique dans les standards 802.11 et 802.15, ainsi que des applications GSM1800 et GSM1900.

7.2 Recommandations

Au terme de ce travail de recherche, nous pouvons formuler les recommandations suivantes, en termes de projets de recherche :

(1) Développement de capteurs imprimés sur substrat NCTO/PVOH-2 (et PTMO-I ?)

Cette thèse a juste effleuré le potentiel du substrat NCTO/PVOH-2 pour la réalisation de capteurs imprimés hautement sensibles. La problématique de sa planéité a clairement été démontrée. En plus des efforts d'aplanissement, une caractérisation micro-ondes ainsi qu'une caractérisation physique plus poussée sont nécessaires afin d'assurer la synthèse prochaine d'une version améliorée de ce matériau, permettant l'impression de capteurs micro-ondes. Dans la même lancée, des traitements augmentant l'énergie de surface des feuilles de PTMO-I peuvent également être proposés, afin de disposer d'un autre substrat biodégradable destiné à l'impression de capteurs micro-ondes.

(2) Analyse de l'influence du PVOH selon le temps de réaction

Connaissant les propriétés hydrophiles du PVOH, ses effets contradictoires du PVOH sur les gels sensibles et les substrats sensibles restent à investiguer. Dans les deux cas, les mesures étaient effectuées après 3 minutes, dans l'optique de proposer des capteurs à faible temps de réponse. L'effet du temps de réaction sur les performances n'a pas été étudié. Dans des applications où le temps de réponse n'est pas critique, une analyse en fonction du temps de réponse permettrait d'étudier les performances avec du PVOH pleinement absorbé, et de les comparer aux performances actuelles.

(3) Conception de multi-capteurs imprimés avec structure multi-résonante

La structure multi-résonante proposée a été réalisée sur PCB pour l'intégration RFID. La prochaine étape serait de la réaliser par impression et d'étudier sa fonctionnalisation pour une application multi-capteurs. Les concepts d'encre sensible et de diélectrique sensible abordés dans cette thèse restent des approches envisageables. La nouvelle structure nécessitera la conception d'une antenne large bande ou d'une antenne multi-bandes couvrant ses fréquences d'opération.

(4) Intégration du frittage photonique dans le procédé d'impression du NCTO-PVOH-2

Dans thèse, l'impression a été réalisée à l'aide du frittage thermique juste en raison de la disponibilité du four au moment de l'impression. La substitution du frittage thermique par le frittage photonique viendrait conforter la teinte verte des capteurs imprimés sur substrats biodégradables. L'étude et l'optimisation du frittage photonique constitue en elle-même une contribution dans le cadre de substrats biodégradables.

(5) Développement de capteurs sans fil imprimés sur substrats sensibles et flexibles

Du point de vue micro-ondes, l'un des principaux défis pour la réalisation de capteur sur substrats sensibles reste l'adaptation d'impédance entre un résonateur et une antenne sur la plage dynamique de détection. Des solutions attractives permettront de fabriquer des capteurs hautement sensibles. Une étude par émulation a été réalisée dans cette thèse. Il est maintenant requis de réaliser des preuves de concept avec des circuits imprimés. Dans cette démarche, l'influence de la courbure sur les performances de détection doit aussi être mesurée.

Références

1. Sette, D., et al. *Silver nanoparticle inkjet printed 17 GHz filter*. in *Microwave Symposium Digest (IMS), 2013 IEEE MTT-S International*. 2013.
2. Whittow, W.G., et al., *Inkjet-printed microstrip patch antennas realized on textile for wearable applications*. *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, 2014. **13**: p. 71-74.
3. Kim, S., et al., *Inkjet-printed antennas, sensors and circuits on paper substrate*. *IET Microwaves, Antennas & Propagation*, 2013. **7**(10): p. 858-868.
4. Cook, B.S. and A. Shamim, *Utilizing wideband AMC structures for high-gain inkjet-printed antennas on lossy paper substrate*. *IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters*, 2013. **12**: p. 76-79.
5. Shao, B., *Fully Printed Chipless RFID Tags towards Item-Level Tracking Applications*. 2014, KTH Royal Institute of Technology.
6. Preradovic, S. and N.C. Karmakar, *Chipless RFID: bar code of the future*. *Microwave Magazine, IEEE*, 2010. **11**(7): p. 87-97.
7. Plessky, V. and L. Reindl, *Review on SAW RFID tags*. *Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on*, 2010. **57**(3): p. 654-668.
8. Zhang, D., J. Tong, and B. Xia, *Humidity-sensing properties of chemically reduced graphene oxide/polymer nanocomposite film sensor based on layer-by-layer nano self-assembly*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2014. **197**: p. 66-72.
9. Dankoco, M., et al., *Temperature sensor realized by inkjet printing process on flexible substrate*. *Materials Science and Engineering: B*, 2016. **205**: p. 1-5.
10. Rieu, M., et al. *High temperature printed micro-hotplate on polyimide foil for gas sensing and sampling*. in *ISOEN 2015 (16 th International Symposium on Olfaction and Electronic Noses)*. 2015.
11. El Matbouly, H., N. Boubekur, and F. Domingue, *Passive microwave substrate integrated cavity resonator for humidity sensing*. *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*, 2015. **63**(12): p. 4150-4156.
12. Chretiennot, T., D. Dubuc, and K. Grenier, *A Microwave and Microfluidic Planar Resonator for Efficient and Accurate Complex Permittivity Characterization of*

- Aqueous Solutions*. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on, 2013. **61**(2): p. 972-978.
13. He, X.L., et al., *High sensitivity humidity sensors using flexible surface acoustic wave devices made on nanocrystalline ZnO/polyimide substrates*. Journal of Materials Chemistry C, 2013. **1**(39): p. 6210-6215.
 14. Minhun, J., et al., *All-Printed and Roll-to-Roll-Printable 13.56-MHz-Operated 1-bit RF Tag on Plastic Foils*. Electron Devices, IEEE Transactions on, 2010. **57**(3): p. 571-580.
 15. <http://nzic.org.nz/ChemProcesses/polymers/10E.pdf>. Available from: <http://nzic.org.nz/ChemProcesses/polymers/10E.pdf>.
 16. <http://www.enerconind.com/treating/library/applications/improve-ink-adhesion-with-corona-and-plasma.aspx>.
 17. Cui, Z., *Printed electronics: Materials, technologies and applications*. 2016: John Wiley & Sons.
 18. Siegel, A.C., et al., *Foldable printed circuit boards on paper substrates*. Advanced Functional Materials, 2010. **20**(1): p. 28-35.
 19. Guy, R. and D. Jean-Claude, *Polymères hétérocycliques thermostables*. Techniques de l'ingénieur Matériaux pour l'électronique et dispositifs associés, 1995. **base documentaire : TIB271DUO**(ref. article : e1855).
 20. Jean-Claude, D., *Propriétés diélectriques des polymères*. Techniques de l'ingénieur Matériaux pour l'électronique et dispositifs associés, 1998. **base documentaire : TIB271DUO**(ref. article : e1850).
 21. Jean-Claude, D., *Propriétés diélectriques des plastiques*. Techniques de l'ingénieur Propriétés générales des plastiques, 2001. **base documentaire : TIB152DUO**(ref. article : am3140).
 22. Sándor, F., *Polyéthylènetéréphtalates (PET) pour films et feuilles*. Techniques de l'ingénieur Matières thermoplastiques : monographies, 1997. **base documentaire : TIB147DUO**(ref. article : a3375).
 23. Krebs, F.C., *Fabrication and processing of polymer solar cells: A review of printing and coating techniques*. Solar Energy Materials and Solar Cells, 2009. **93**(4): p. 394-412.
 24. Tobjörk, D. and R. Österbacka, *Paper Electronics*. Advanced Materials, 2011. **23**(17): p. 1935-1961.
 25. Cummins, G. and M.P. Desmulliez, *Inkjet printing of conductive materials: a review*. Circuit World, 2012. **38**(4): p. 193-213.
 26. Greer, J.R. and R.A. Street, *Thermal cure effects on electrical performance of nanoparticle silver inks*. Acta Materialia, 2007. **55**(18): p. 6345-6349.
 27. Allen, M.L., et al., *Electrical sintering of nanoparticle structures*. Nanotechnology, 2008. **19**(17): p. 175201.
 28. www.novacentrix.com, *HP-021LV datasheet*.

29. www.xenoncorp.com.
30. Yung, K., et al., *Ink-jet printing and camera flash sintering of silver tracks on different substrates*. Journal of Materials Processing Technology, 2010. **210**(15): p. 2268-2272.
31. Perelaer, J., et al., *Microwave Flash Sintering of Inkjet-Printed Silver Tracks on Polymer Substrates*. Advanced Materials, 2009. **21**(47): p. 4830-4834.
32. Black, K., et al., *Silver Ink Formulations for Sinter-free Printing of Conductive Films*. Scientific Reports, 2016. **6**: p. 20814.
33. Arellano, J.A., *Inkjet-Printed Highly Transparent Solar Cell Antennas*. 2011.
34. Tobjörk, D., et al., *IR-sintering of ink-jet printed metal-nanoparticles on paper*. Thin Solid Films, 2012. **520**(7): p. 2949-2955.
35. Kim, H.-S., et al., *Intense pulsed light sintering of copper nanoink for printed electronics*. Applied Physics A: Materials Science & Processing, 2009. **97**(4): p. 791-798.
36. Kong, D., et al., *Temperature-Dependent Electrical Properties of Graphene Inkjet-Printed on Flexible Materials*. Langmuir, 2012. **28**(37): p. 13467-13472.
37. Huang, L., et al., *Fully printed, rapid-response sensors based on chemically modified graphene for detecting NO₂ at room temperature*. ACS applied materials & interfaces, 2014. **6**(10): p. 7426-7433.
38. Choi, K.H., et al., *Wide range high speed relative humidity sensor based on PEDOT: PSS-PVA composite on an IDT printed on piezoelectric substrate*. Sensors and Actuators A: Physical, 2015. **228**: p. 40-49.
39. Kotresh, S., et al., *Humidity sensing performance of spin coated polyaniline-carboxymethyl cellulose composite at room temperature*. Cellulose, 2016. **23**(5): p. 3177-3186.
40. Zeng, F.-W., et al., *Humidity sensors based on polyaniline nanofibres*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2010. **143**(2): p. 530-534.
41. Nair, R.S., et al., *A group-delay-based chipless RFID humidity tag sensor using silicon nanowires*. IEEE Antennas and Wireless Propagation Letters, 2013. **12**: p. 729-732.
42. Abdelhalim, A., et al., *Metallic nanoparticles functionalizing carbon nanotube networks for gas sensing applications*. Nanotechnology, 2014. **25**(5): p. 055208.
43. Nikfalazar, M., et al. *Inkjet printed BST thick-films for x-band phase shifter and phased array applications*. in *Antenna Technology (iWAT), 2013 International Workshop on*. 2013.
44. Rivadeneyra, A., et al., *Design and characterization of a low thermal drift capacitive humidity sensor by inkjet-printing*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2014. **195**: p. 123-131.
45. Yang, D.K., et al., *Sorption and transport studies of water in Kapton polyimide. I*. Journal of Applied Polymer Science, 1985. **30**(3): p. 1035-1047.

46. Sengwa, R.J. and K. Kaur, *Dielectric dispersion studies of poly (vinyl alcohol) in aqueous solutions*. Polymer International, 2000. **49**(11): p. 1314-1320.
47. Virtanen, J., et al., *Inkjet-Printed Humidity Sensor for Passive UHF RFID Systems*. Instrumentation and Measurement, IEEE Transactions on, 2011. **60**(8): p. 2768-2777.
48. Feng, Y., et al., *Low-Cost Printed Chipless RFID Humidity Sensor Tag for Intelligent Packaging*. IEEE Sensors Journal, 2015. **15**(6): p. 3201-3208.
49. Vena, A., et al. *A fully inkjet-printed chipless rfid gas and temperature sensor on paper*. in *RFID Technology and Applications Conference (RFID-TA), 2014 IEEE*. 2014. IEEE.
50. Vena, A., et al., *A Fully Inkjet-Printed Wireless and Chipless Sensor for CO₂ and Temperature Detection*. Sensors Journal, IEEE, 2015. **15**(1): p. 89-99.
51. Nikitin, P.V. and K. Rao. *Measurement of backscattering from RFID tags*. in *Proceedings of AMTA Symposium*. 2005.
52. Yun, T. and S. Lim, *High-Q and miniaturized complementary split ring resonator-loaded substrate integrated waveguide microwave sensor for crack detection in metallic materials*. Sensors and Actuators A: Physical, 2014. **214**(0): p. 25-30.
53. Singh, R., et al., *Ultrasensitive THz sensing with high-Q Fano resonances in metasurfaces*. arXiv preprint arXiv:1406.7194, 2014.
54. Sekoguchi, H., et al., *Photonic crystal nanocavity with a Q-factor of~ 9 million*. Optics express, 2014. **22**(1): p. 916-924.
55. Ebrahimi, A., et al., *High-Sensitivity Metamaterial-Inspired Sensor for Microfluidic Dielectric Characterization*. Sensors Journal, IEEE, 2014. **14**(5): p. 1345-1351.
56. Saito, T. and A. Isogai, *TEMPO-mediated oxidation of native cellulose. The effect of oxidation conditions on chemical and crystal structures of the water-insoluble fractions*. Biomacromolecules, 2004. **5**(5): p. 1983-1989.
57. Tao, Z., *Broadband transition design from microstrip to CPW*. IEEE Microwave and Wireless Components Letters, 2015. **25**(11): p. 712-714.
58. Hosseini-Fahraji, A., K. Mohammadpour-Aghdam, and R. Faraji-Dana. *Millimeter wave rectangular waveguide to grounded CPW transition on multi-layer substrate*. in *Millimeter-Wave and Terahertz Technologies (MMWaTT), 2016 Fourth International Conference on*. 2016. IEEE.
59. Hettak, K., et al., *A class of novel uniplanar series resonators and their implementation in original applications*. Microwave Theory and Techniques, IEEE Transactions on, 1998. **46**(9): p. 1270-1276.
60. Rezaiesarlak, R. and M. Manteghi, *Chipless RFID*. 2015: Springer.
61. Gupta, K.C., *Microstrip lines and slotlines*. 2nd ed. ed. 1996, Boston: Artech House. xvi, 535 p.
62. Simons, R.N., *Coplanar waveguide circuits, components, and systems*. Vol. 165. 2004: John Wiley & Sons.

63. Wadell, B.C. and B.C. Wadell, *Transmission line design handbook*. 1991, Norwood, Mass.: Artech House. xvi, 510 p.
64. Byrd, P.F. and M.D. Friedman, *Handbook of elliptic integrals for engineers and physicists*. Vol. 67. 2013: Springer.
65. Amin, E.M., N.C. Karmakar, and B. Winther-Jensen, *Polyvinyl-alcohol (pva)-based rf humidity sensor in microwave frequency*. Progress In Electromagnetics Research B, 2013. **54**: p. 149-166.
66. Lin, Y.-S., et al., *Wideband coplanar-waveguide bandpass filters with good stopband rejection*. IEEE microwave and wireless components letters, 2004. **14**(9): p. 422-424.
67. Chretiennot, T., D. Dubuc, and K. Grenier, *A microwave and microfluidic planar resonator for efficient and accurate complex permittivity characterization of aqueous solutions*. IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, 2013. **61**(2): p. 972-978.
68. Wei, Y.M., et al., *A novel coplanar waveguide resonator on flexible substrate*. Optik-International Journal for Light and Electron Optics, 2016. **127**(20): p. 9937-9941.
69. Safia, O.A., L. Talbi, and K. Hettak, *A new type of transmission line-based metamaterial resonator and its implementation in original applications*. IEEE Transactions on Magnetics, 2013. **49**(3): p. 968-973.
70. Dib, N.I., *Theoretical characterization of coplanar waveguide transmission lines and discontinuities*. 1992.
71. Corporation, R. <https://www.rogerscorp.com/>.
72. Dib, N. and P. Katehi, *Modeling of shielded CPW discontinuities using the space domain integral equation method (SDIE)*. Journal of electromagnetic waves and applications, 1991. **5**(4-5): p. 503-523.
73. Pozar, D.M., *Microwave engineering*. 4th ed. 2012, Hoboken, N.J.: John Wiley & Sons. xvii, 732 p.
74. Pynttari, V., et al. *Significance of conductivity and thickness of thin inkjet printed microstrip lines*. in *Signal Propagation on Interconnects, 2008. SPI 2008. 12th IEEE Workshop on*. 2008. IEEE.
75. Kerroum, I., H. El Matbouly, and F. Domingue. *Survey of commercial sensors and emerging miniaturized technologies for safety applications in hydrogen vehicles*. in *Sensors Applications Symposium (SAS), 2012 IEEE*. 2012. IEEE.
76. Young, D.J., et al., *High-temperature single-crystal 3C-SiC capacitive pressure sensor*. Sensors Journal, IEEE, 2004. **4**(4): p. 464-470.
77. Farahani, H., R. Wagiran, and M.N. Hamidon, *Humidity Sensors Principle, Mechanism, and Fabrication Technologies: A Comprehensive Review*. Sensors, 2014. **14**(5): p. 7881-7939.
78. Ndoye, M., et al., *Passive Monolithic Microwave Multisensor based on N coupled Substrate Integrated Resonators for Environmental Detection*, in *EuMW*. 2016.

79. Vendik, O.G., I.B. Vendik, and M.A. Nikol'ski. *Comparison of MMIC phase shifters using figure of merit as the main characteristic*. in *Microwaves, Radar and Wireless Communications, 2004. MIKON-2004. 15th International Conference on*. 2004.
80. Zerhouni, A., *Caractérisation des propriétés physico-chimiques des boues issues des principaux procédés papetiers*. 2010: Université du Québec à en Abitibi-Témiscamingue.
81. Paquin, M., et al., *The use of Weissler method for scale-up a Kraft pulp oxidation by TEMPO-mediated system from a batch mode to a continuous flow-through sonoreactor*. *Ultrasonics sonochemistry*, 2013. **20**(1): p. 103-108.
82. Mahadeva, S.K., S. Yun, and J. Kim, *Flexible humidity and temperature sensor based on cellulose-polypyrrole nanocomposite*. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2011. **165**(2): p. 194-199.
83. Puangsin, B., et al., *Comparative characterization of TEMPO-oxidized cellulose nanofibril films prepared from non-wood resources*. *International journal of biological macromolecules*, 2013. **59**: p. 208-213.
84. Lindman, B., G. Karlström, and L. Stigsson, *On the mechanism of dissolution of cellulose*. *Journal of Molecular Liquids*, 2010. **156**(1): p. 76-81.
85. Molina-Lopez, F., D. Briand, and N.F. de Rooij, *All additive inkjet printed humidity sensors on plastic substrate*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2012. **166–167**(0): p. 212-222.
86. Rattaz, A., et al., *Cellulose nanofibres by sonocatalysed-TEMPO-oxidation*. *Cellulose*, 2011. **18**(3): p. 585-593.
87. Sama, N., et al. *Partially-open SIW resonator for microwave characterization of particulate dielectrics: Effect of interaction with gases*. in *Electromagnetics: Applications and Student Innovation Competition (iWEM), 2016 IEEE International Workshop on*. 2016. IEEE.
88. Karkkainen, K.K., A.H. Sihvola, and K.I. Nikoskinen, *Effective permittivity of mixtures: Numerical validation by the FDTD method*. *IEEE Transactions on Geoscience and Remote Sensing*, 2000. **38**(3): p. 1303-1308.
89. Sjöström, E. and R. Alén, *Analytical methods in wood chemistry, pulping, and papermaking*. 2013: Springer Science & Business Media.
90. Lin, W.-D., H.-M. Chang, and R.-J. Wu, *Applied novel sensing material graphene/polypyrrole for humidity sensor*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2013. **181**: p. 326-331.
91. Shukla, S.K., *Synthesis and characterization of polypyrrole grafted cellulose for humidity sensing*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 2013. **62**: p. 531-536.
92. Zhang, T., et al., *Analysis of dc and ac properties of humidity sensor based on polypyrrole materials*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2008. **131**(2): p. 687-691.
93. Greenspan, L., *Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions*. *Journal of research of the national bureau of standards*, 1977. **81**(1): p. 89-96.

94. Lu, D., et al. *Humidity dependent permittivity characterization of polyvinyl-alcohol film and its application in relative humidity RF sensor*. in *Microwave Conference (EuMC), 2014 44th European*. 2014.
95. Lu, D., et al. *Highly sensitive chipless wireless relative humidity sensor based on polyvinyl-alcohol film*. in *Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI), 2014 IEEE*. 2014. IEEE.
96. Lu, D., et al. *Highly sensitive chipless wireless relative humidity sensor based on polyvinyl-alcohol film*. in *Antennas and Propagation Society International Symposium (APSURSI), 2014 IEEE*. 2014. IEEE.
97. Amin, E.M. and N.C. Karmakar. *Development of a low cost printable humidity sensor for chipless RFID technology*. in *RFID-Technologies and Applications (RFID-TA), 2012 IEEE International Conference on*. 2012.
98. Amin, E.M., et al., *Development of a Low Cost Printable Chipless RFID Humidity Sensor*. *Sensors Journal, IEEE*, 2014. **14**(1): p. 140-149.
99. Shen, W., et al., *Adhesion and anti-adhesion of viscous fluids on solid surfaces—A study of ink transfer mechanism in waterless offset printing*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2008. **318**(2): p. 348-357.
100. Chow, T., *Molecular interpretation of the glass transition temperature of polymer-diluent systems*. *Macromolecules*, 1980. **13**(2): p. 362-364.
101. Liu, Y., et al., *Measurements of planar microwave circuits using an improved TRL calibration method*. *Progress In Electromagnetics Research*, 2010. **109**: p. 263-278.
102. Fleury, J. and O. Bernard, *Designing and characterizing TRL fixture Calibration standards for device modeling*. *Applied Microwave and Wireless*, 2001. **13**(10): p. 26-55.
103. Virtanen, J., et al. *The effect of conductor thickness in passive inkjet printed RFID tags*. in *IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium (APS)*. 2010.
104. Caccami, M.C., S. Manzari, and G. Marrocco, *Phase-Oriented Sensing by Means of Loaded UHF RFID Tags*. *Antennas and Propagation, IEEE Transactions on*, 2015. **63**(10): p. 4512-4520.
105. Kalansuriya, P. and N. Karmakar. *Time domain analysis of a backscattering frequency signature based chipless RFID tag*. in *Microwave Conference Proceedings (APMC), 2011 Asia-Pacific*. 2011. IEEE.
106. Preradovic, S., S. Roy, and N. Karmakar. *Fully printable multi-bit chipless RFID transponder on flexible laminate*. in *Microwave Conference, 2009. APMC 2009. Asia Pacific*. 2009. IEEE.
107. Weng, Y., et al., *Design of chipless UWB RFID system using a CPW multi-resonator*. *IEEE Antennas and Propagation Magazine*, 2013. **55**(1): p. 13-31.
108. Ayissi Eyebe, G., H. El-Matbouly, and F. Domingue. *Dual-Band Antenna for Sensing Application in ISM Bands*. in *IARIA-SENSORSDEVICES2013, The Fourth*

- International Conference on Sensor Device Technologies and Applications*. 2013. Barcelone.
109. Ayissi Eyebe, G., et al., *Low Profile Triband ISM Antenna*, in *International Conference on Applied Electromagnetics and Communications*. 2016, IEEE: Dubrovnik.
 110. Chaimool, S. and P. Akkaraekthalin, *CPW-Fed antennas for WiFi and WiMAX*, in *Advanced Transmission Techniques in WiMAX*. 2012, InTech.
 111. <http://www.fluon.jp/english/products/aflex/index.html#horizontalTab8>
 112. Kubina, B., et al. *A wireless chipless temperature sensor utilizing an orthogonal polarized backscatter scheme*. in *2012 42nd European Microwave Conference*. 2012.
 113. Kubina, B., et al. *Wireless high-temperature sensing with a chipless tag based on a dielectric resonator antenna*. in *2013 IEEE SENSORS*. 2013.
 114. Ayissi Eyebe, G., H. El-Matbouly, and F. Domingue. *Dual-Band Dipole Antenna for Sensing Applications in ISM Bands*. in *SENSORDEVICES 2013, The Fourth International Conference on Sensor Device Technologies and Applications*. 2013.
 115. Nasef, M.M., H. Saidi, and K.Z.M. Dahlan, *Electron beam irradiation effects on ethylene-tetrafluoroethylene copolymer films*. *Radiation Physics and Chemistry*, 2003. **68**(5): p. 875-883.
 116. Inagaki, N., *Surface modification of ethylene-co-tetrafluoroethylene copolymer (ETFE) by plasma*. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2003. **208**: p. 277-280.
 117. Brack, H., et al., *A contact angle investigation of the surface properties of selected proton-conducting radiation-grafted membranes*. *Journal of membrane science*, 2003. **214**(1): p. 1-19.

Annexe A – Affiches scientifiques dans le cadre de la thèse

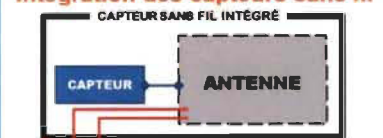
Cadre technologique

Communication sans fil



- Transmettre l'information de détection sans fil
- Interroger le capteur à distance
- Communiquer en environnement hostile
- Monter des réseaux de capteurs sans fil

Intégration des capteurs sans fil



- ANTENNES MULTI-MODE**
 - Une antenne, plusieurs applications
 - Meilleure flexibilité
 - Utilisation des fréquences gratuites
- ANTENNES COMPACTES**
 - Moins d'encombrement
 - Baisse des coûts
 - Capteurs sans fil dans volumes réduits
- SUPPORT ÉCONOMIQUE:**
 - Assemblage à moindre coût
 - Fabrication simplifiée

État de l'art multi-band ISM

- Antennes dual-band 0.915 - 2.5 / 2.5 - 5.2 (GHz)
- Antennes multi-band avec des fréquences ISM
- Antennes multi-band compactes
- Antennes imprimées, PCB
- Pas d'antenne dual-band ISM avec 434 MHz
- Pas d'antenne tri-band ISM
- Antennes dual-band avec 434 MHz pas assez compactes
- Peu d'antennes pour plates-formes RF dédiées aux capteurs

Objectifs de recherche

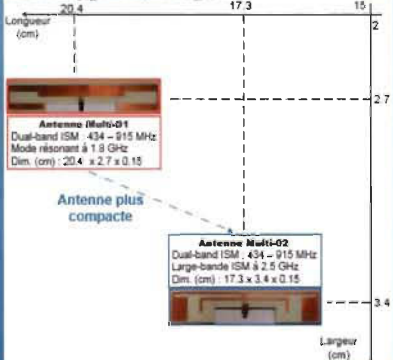
- Antennes avec :
- Plusieurs modes résonants ISM (Gratuit)
 - Configuration compacte
 - Fabrication simple
 - Intégrable avec un capteur

Méthode

- Antennes dipôles
 - Symétrie du rayonnement
 - Simplicité de design
 - Bonnes performances
- Superposition des modes résonants
- Compactage avec des lignes courbes
- Fabrication sur PCB

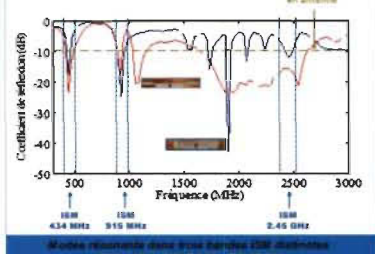
Paramètres du substrat	Valeurs
Constante diélectrique ϵ_r	3.55
Facteur de dissipation $\tan \delta$	0.0027
Épaisseur de diélectrique	1.524 mm
Épaisseur de la couche de cuivre	17 μ m

Prototypes fabriqués

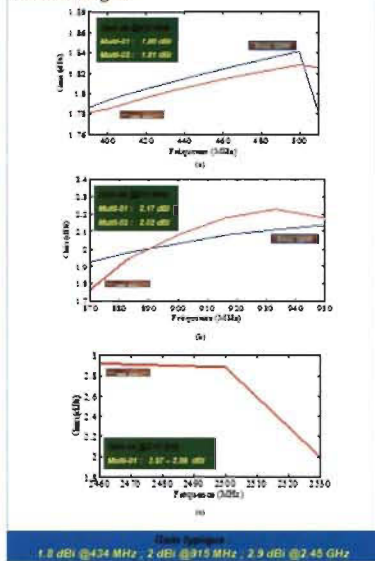


Résultats

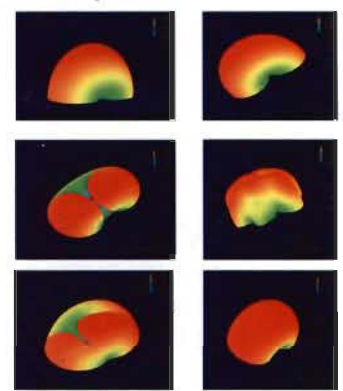
Coefficient de réflexion



Courbes de gain



Patrons de rayonnement



Patrons de rayonnement quasi-omnidirectionnels

Conclusion

- Antennes multi-band ISM
 - @434 MHz, @915 MHz et @2.45 GHz
- Configuration compacte
 - 20.4 cm x 2.7 cm et 17.3 cm x 3.4 cm
- Bonnes performances
- Rayonnement omnidirectionnel
- Fabrication simple (PCB)

Remerciements

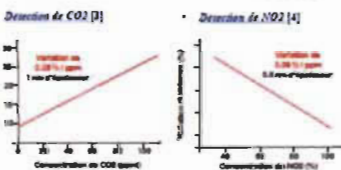
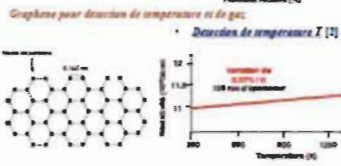
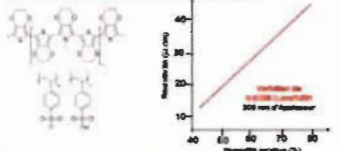
Ce travail a été financé par la chaire de recherche UQTR sur les microsystèmes radiofréquences (RF) pour les technologies de gaz et CRSNG. Les mesures de patrons de rayonnement ont été effectuées au centre collégial de transfert technologique et de télécommunications (C2T3), affilié au CEGEP de Trois-Rivières.

Capteur sans fil imprimé pour la détection environnementale

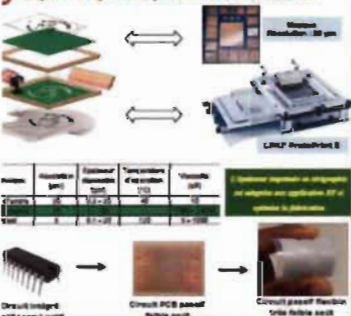
Guy Ayissi Eyebe, Naimi Boubekeur, Frédéric Domingue
Université du Québec à Trois-Rivières

Détection environnementale

PEDOT:PSS pour la détection d'humidité (RH) [1]



Impression : pour une production à très faible coût



Références

- [1] M. Koo and S. Oh, "Electrical characterization of PEDOT:PSS for humidity detection," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 143, pp. 177-185, 2009.
- [2] X.-Y. Tang, X.-N. Yu, H.-M. Zhang, H. B. Jin, L. Wang, and M.-S. Cao, "Temperature and thickness-dependent electrical conductivity of free-layer graphene and graphene nanoribbons," *Physics Letters A*, vol. 378, pp. 3245-3251, 2015.
- [3] H. J. Yang, J. H. Yang, Z. Zhao, S. S. Yang, and M. M.-C. Chang, "Carbon dioxide gas sensor using a graphene sheet," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 157, pp. 310-313, 2011.
- [4] S. Huang, J. H. Chu, J. Liu, W. K. Kim, H. Shin, J. Y. Choi, et al., "Graphene-based NO2 gas sensor," in *Nanotechnology Materials and Devices Conference (NMDC)*, 2010 IEEE, 2010, pp. 18-21.

Procédé de fabrication

(0) Substrat à base de PET



(1) Dépôt d'argente par sérigraphie



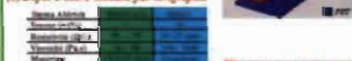
(2) Fréquence thermique de l'argente



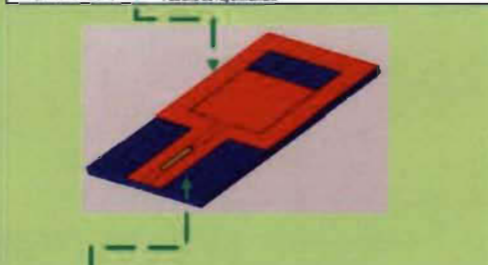
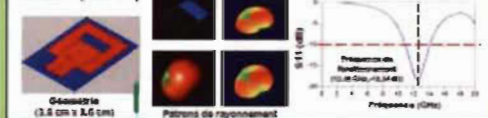
(3) Dépôt d'encres sensible par sérigraphie



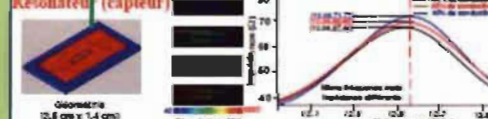
(4) Fréquence thermique de l'encres sensible



Antenne (sans fil)



Résonateur (capteur)



Principe de détection

□ Schéma électrique équivalent



□ Interrogation du capteur par un lecteur RF distant



□ Rémission vers le lecteur RF d'une puissance image de la détection



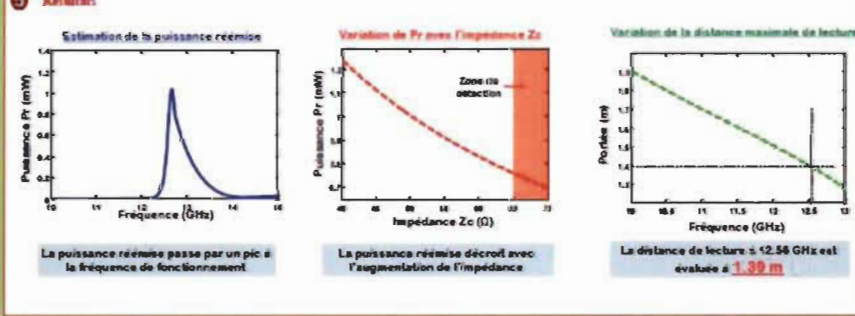
$$P_r = P_e \times \frac{K}{|Z_a + Z_r|^2}$$

□ Etat de l'environnement : Z_r

□ Une variation RH, T, CO2 et NO2 entraîne variation de l'impédance Z_r

□ La puissance réémise par le capteur vers le lecteur RF (P_r) est une image de l'état du système (Valeur de RH, T, CO2 ou NO2)

Résultats



Conclusion

- Détection environnementale
 - Humidité (RH - 100 %)
 - Température (T - 120 °C)
 - Dioxyde de carbone (CO2)
 - Dioxyde d'azote (NO2)
- Capteur imprimé par sérigraphie
 - Moins coûteux
 - Bonnes performances RF
 - Résistance de détection
- Capteur sans fil
 - Estimation de la distance de lecture : 1.39 m
- Aspect écologique
 - Prototypage rapide
 - Pas de produits chimiques
 - Faible consommation

Remerciements



Capteurs Micro-Ondes par Impression Directe de Nanoparticules sur Substrats Flexibles

Guy Ayissi Eyebe, Naimi Boubekour, Frédéric Domingue
Université du Québec à Trois-Rivières

Cadre technologique

Capteur : dispositif sensible à son environnement



Performances des capteurs, cas de l'humidité

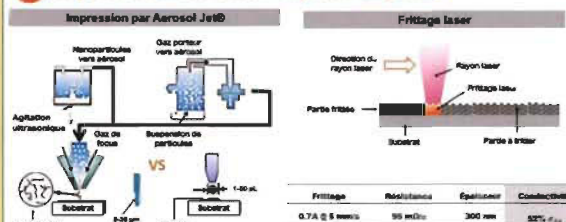
Sensibilité	: Amplitude de la détection	$\Delta(RRH)/\Delta(RH)$
Sélectivité	: Détection des autres grandeurs	$\Delta(RRH)/\Delta(T)$
Plage de détection	: Valeurs détectables	$RH_{max} - RH_{min}$
Rapidité	: Temps de réaction	$\Delta(RRH) \uparrow$

État de l'art des capteurs imprimables

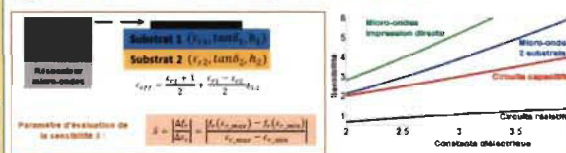


Objectifs de recherche

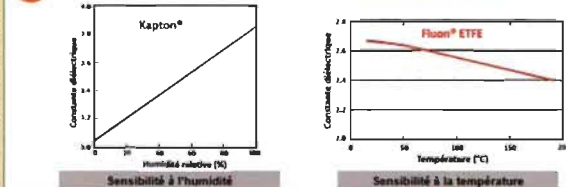
1 Capteur à faible coût : capteur imprimé



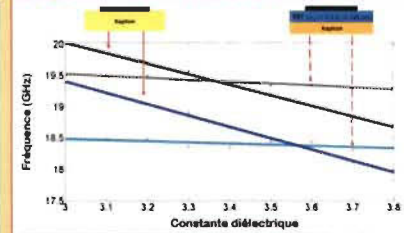
2 Haute sensibilité : capteur micro-onde



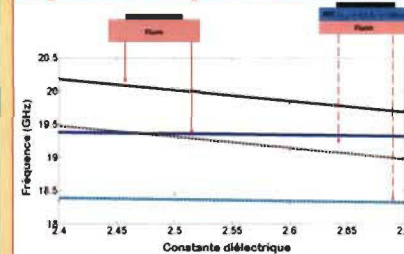
3 Bonne sélectivité : substrats sensibles dédiés



Impression directe et indirecte



Capteur de température



Conclusion

- Capteurs de faibles coût par impression
- Détection d'humidité et de température
- Forte sensibilité par transduction micro-onde
- Sélectivité par substrats dédiés
- Large plages de détection
- Capacité de fonctionner sans fil

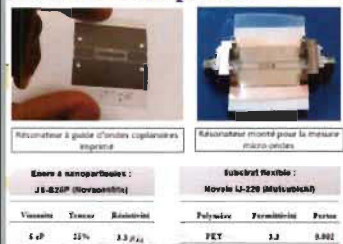
Références

- www.digipass.com
- www.ego.com
- Amis, T.M., N.G. Karmakar, and B. Winkler-Jensen, Poly(vinyl-alcohol) (PVA)-Based RF Humidity Sensor in Microwave Frequency. Progress in Electromagnetics Research B, 2013. 54: p. 149-166
- www.cymrac.com
- B.I. Datta, 2004.

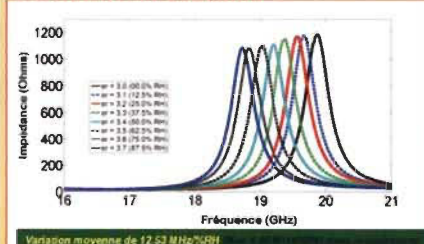
Remerciements



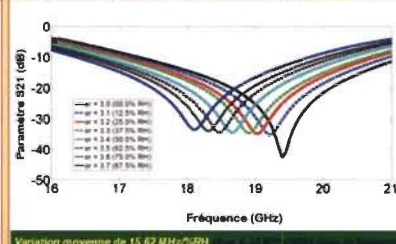
Résonateurs imprimés



Sensibilité en réflexion



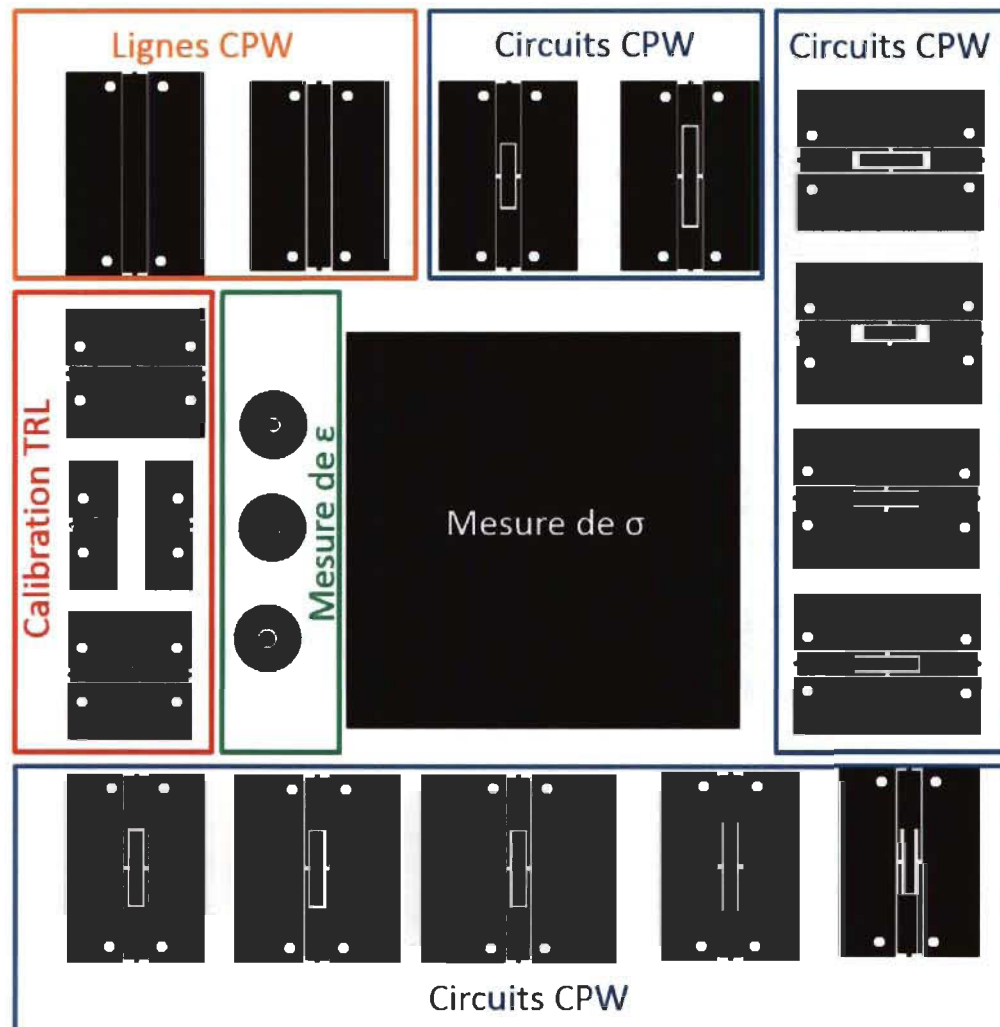
Sensibilité en transmission



Annexe B – Techniques de frittage de matériaux micro-ondes

Technique	Temps de frittage	Température de frittage (°C)	Conductivité du film (%)	Substrats	Réf.
Thermique	1h	125	35	PET	
RF	30 s	-	20 – 34	PEN	[31]
Électrique	3 ms	-	58.7	Papier photo	[27]
Séchage	10 h	25	35	Novele™	[33]
Photonique	5 ms	-	25.6	PET	[30]
Infra-rouge	20 s	-	10 – 20	Papier	[34]
Laser	2 ms	-	33.6	Plastique	[35]

Annexe C – Stencil fabriqué pour l'impression



Annexe D – Caractérisation de l'ETFE

1) Analyse thermogravimétrique

Les résultats de l'analyse thermogravimétrique des feuilles de Fluon effectuée dans les mêmes conditions à la section 3.3.2.3 sont présentés à la Figure D-1

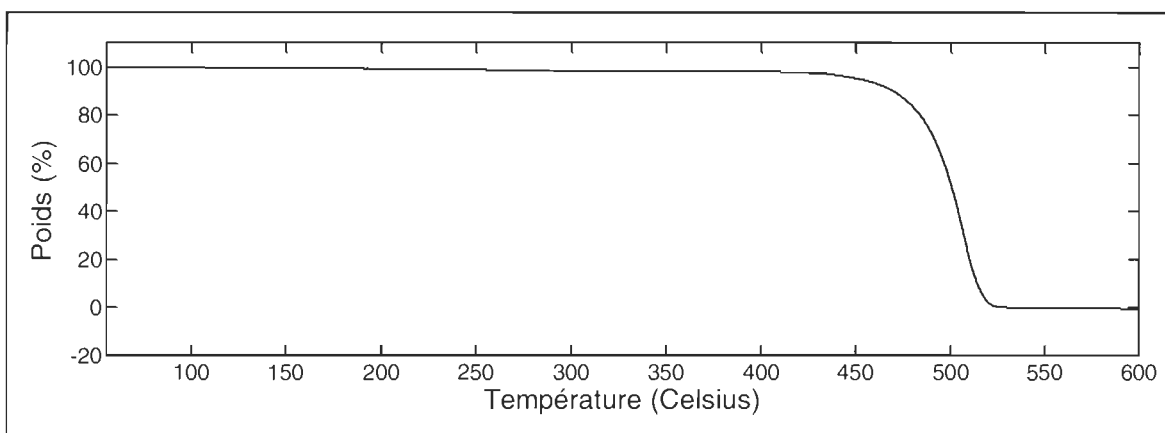


Figure D-1 : Analyse thermogravimétrique du Fluon

Les résultats du test démontrent une forte stabilité jusqu'aux fortes températures. La perte de poids est de 5% à 451 °C, et de 10% à 473.5 °C. La dégradation de la feuille se produit entre 430 °C et 525.5 °C suite à laquelle la perte de masse est totale. Ce résultat valide l'utilisation des feuilles de Fluon au moins jusqu'à 400 °C, si la circuiterie le permet.

2) Spectroscopie infra-rouge par transformée de Fourier

La composition atomique des feuilles a été validée avec la spectroscopie infra-rouge par transformée de Fourier réalisés dans les mêmes conditions qu'à la section 3.3.2.2. Les résultats sont donnés à la Figure D-2.

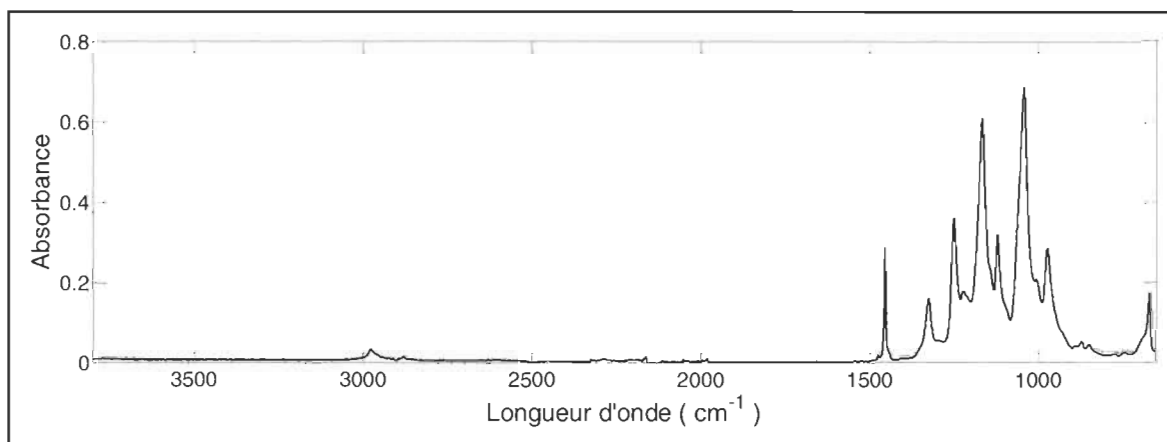


Figure D-2 : Spectrogramme infra-rouge du Fluon

Le spectrogramme obtenu est proche de celui réalisé par [115]. Les pics autour de 3000 cm^{-1} sont attribuables à la présence de groupements CH_2 . Les vibrations dans la bande $1000\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$ sont caractéristiques des groupements CF_2 .

3) Caractérisation physique

La caractérisation physique de la feuille de Fluon consiste en la mesure de l'épaisseur et la morphologie de surface grâce par le MEB, ainsi que celle de la rugosité de surface grâce au microscope à force magnétique (ci-après désigné "AFM", de l'anglais *Atomic Force Microscope*). La valeur de l'angle de contact est donnée par la littérature. Étant autour de $\theta_{\text{H}_2\text{O}} = 105^\circ$, il confirme l'hydrophobie de cette feuille [116, 117]. La Figure D-3 présente les résultats obtenus au MEB.

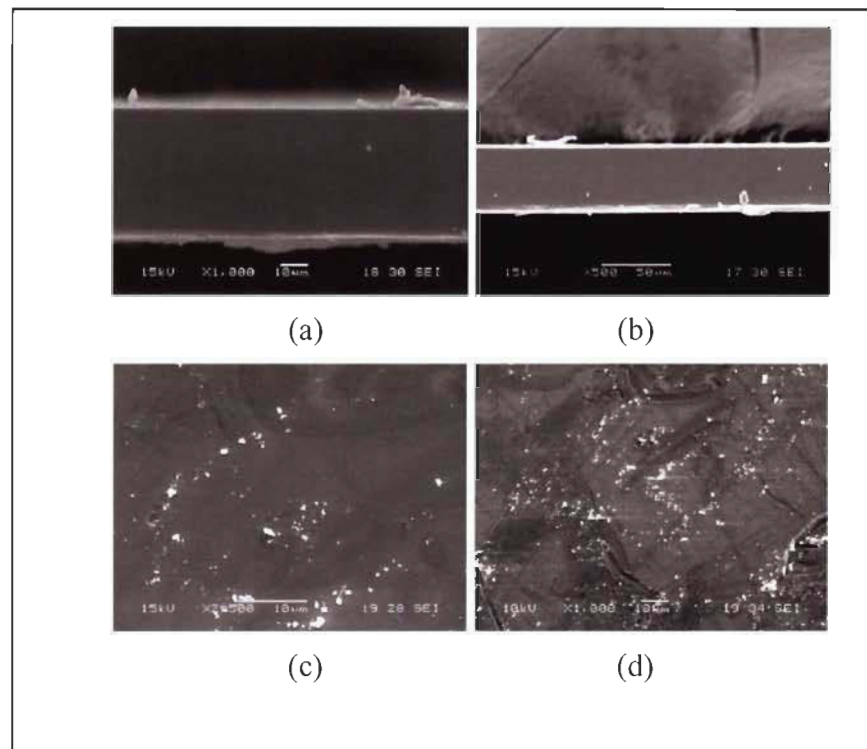


Figure D-3 : Images du Fluon au MEB

L'épaisseur de la feuille est mesurée à $t_{Fluon} = 50 \mu\text{m}$, et sa structure est très homogène. Sa morphologie de surface est translucide et brillante, avec la présence de fluor. Sa rugosité reste très faible, d'après le caractère lisse observé à la Figure D-3 a) et la Figure D-3 b). La Figure D-4 montre la feuille de Fluon grossie jusqu'à un carré de $1 \mu\text{m}$ de côté avec l'AFM. Les images révèlent des aspérités dont l'épaisseur est d'environ 50 nm , une rugosité 1000 fois plus petite que l'épaisseur de la feuille, qui peut donc être considérée comme lisse.

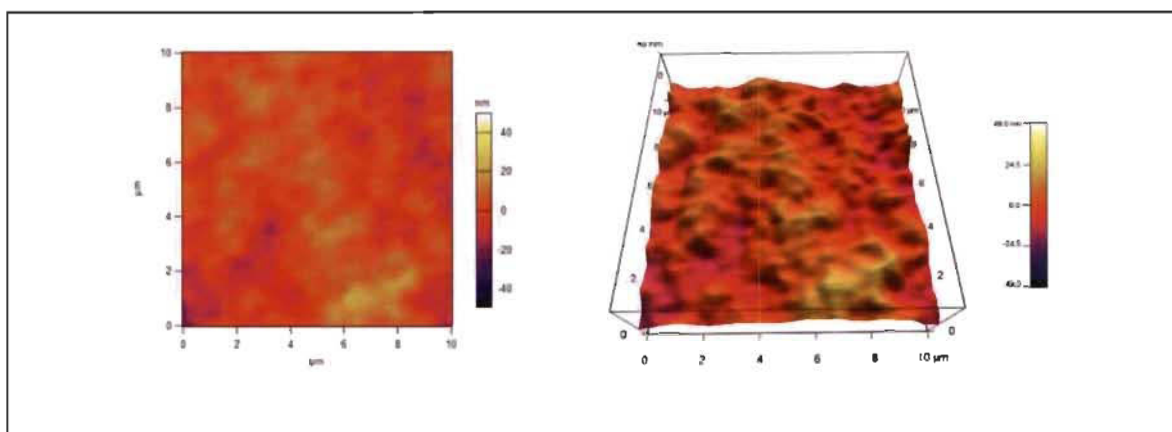


Figure D-4 : Microscopie électronique à balayage grossis à 1 μm .